

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-069750

(43)Date of publication of application : 08.03.2002

(51)Int.Cl.

D01F 6/84  
 C08G 63/692  
 C08K 3/04  
 C08K 5/3492  
 C08L 67/02  
 D01F 6/92  
 D01F 8/14

(21)Application number : 2000-261184

(71)Applicant : TOYOBO CO LTD

(22)Date of filing : 30.08.2000

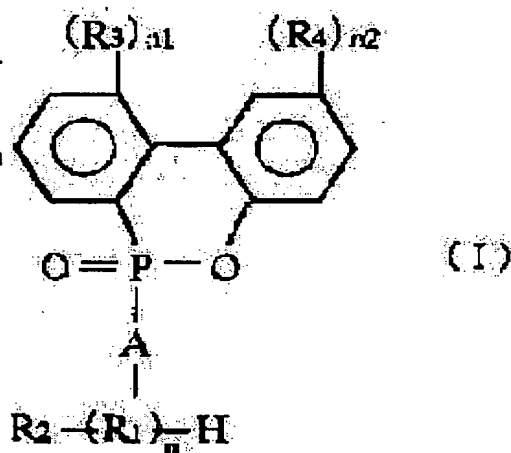
(72)Inventor : ODA KATSUJI  
 OTA YASUO  
 OKA TETSUSHI

## (54) FILAMENT EXCELLENT IN FLAME RETARDANCE

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a polyester filament excellent in mechanical characteristics and elastic recovery as well as flame retardance, heat resistance, weather resistance and creep characteristic.

SOLUTION: This filament excellent in flame retardance comprises a thermoplastic polyester containing an aromatic dicarboxylic acid as a main acid component, an aliphatic and/or alicyclic dihydroxy compound as a main glycol component and 500-50,000 ppm phosphorus compound represented by the following general formula (I) [wherein R1 and R2 are each a monovalent ester-forming functional group; R3 and R4 are same or different groups and each represent hydrogen atom, a halogen atom, a 1-10C hydrocarbon group; A is a divalent or trivalent organic residue; n1 and n2 are each an integer of 0-4; N is an integer of ≥2].



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

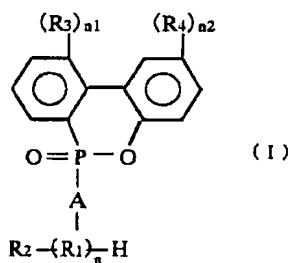
[Date of requesting appeal against examiner's

**THIS PAGE LEFT BLANK**

[Claim(s)]

[Claim 1] The filament excellent in the fire retardancy which uses aromatic series dicarboxylic acid as a main acid component, uses the dihydroxy compound of aliphatic series and/or an alicycle group as a main glycol component, and is characterized by consisting of a thermoplastic polyester system polymer which comes to contain 500-50000 ppm of phosphorus compounds further shown by the following general formula (I).

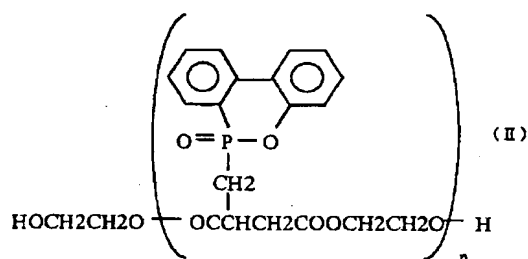
[Formula 1]



or [ however, / that the ester moldability functional group of monovalence, and R3 and R4 are the same the inside R1 and R2 of a formula ] -- or it is a different radical and a hydrogen atom, a halogen atom, the hydrocarbon group of carbon numbers 1-10, and A express bivalence or trivalent organic residue, respectively. n1 and n2 express the integer of 0-4, respectively, and n expresses two or more integers.

[Claim 2] The filament excellent in the fire retardancy according to claim 1 characterized by showing a phosphorus compound by the following general formula (II).

[Formula 2]



(n expresses two or more integers among a formula.)

[Claim 3] The filament excellent in the fire retardancy according to claim 1 characterized by for whenever [ breaking extension ] being 60% or more, and for breaking strength being 0.5 or more g/d, and the expanding recovery factor after 10% expanding in 80 degrees C being 80% or more.

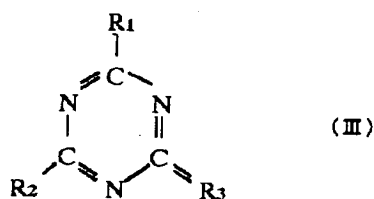
[Claim 4] The filament excellent in the fire retardancy according to claim 1 characterized by carbon black coming to contain 0.1% of the weight or more in a thermoplastic polyester system

polymer.

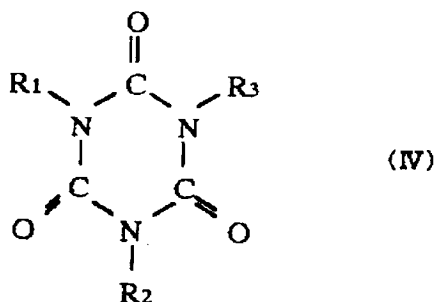
[Claim 5] The filament excellent in the fire retardancy according to claim 1 characterized by coming to contain triazine compound and/or its derivative in a thermoplastic polyester system polymer.

[Claim 6] The filament excellent in the fire retardancy according to claim 5 characterized by consisting of a fire-resistant polyester system polymer constituent in which triazine compound and/or its derivative are shown by following general formula (III)- (V).

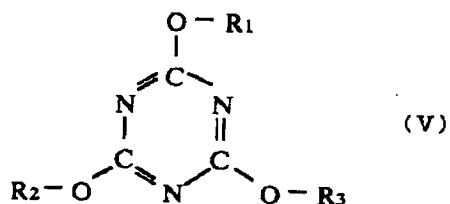
[Formula 3]



[Formula 4]



[Formula 5]



(The inside R1, R2, and R3 of a formula is a hydrogen atom, the amino group, an alkyl group, an annealing radical, and a phenyl group, and even if R1, R2, and R3 are the same, it may differ.)

[Claim 7] The filament excellent in the fire retardancy according to claim 1 to which molecular weight of a phosphorus compound is characterized by or more 800 being 9000 or less.

[Claim 8] The filament excellent in the fire retardancy according to claim 1 characterized by a

polyester system polymer being a thermoplastic polyester block copolymer.

[Claim 9] The filament excellent in the fire retardancy according to claim 8 characterized by a thermoplastic polyester block copolymer coming to contain the low-melt point polymer segment of molecular weight 400-6000.

[Claim 10] The filament excellent in the fire retardancy according to claim 9 characterized by the copolymerization rate of a low-melt point polymer segment being 5 - 60 % of the weight.

[Claim 11] The filament excellent in the fire retardancy characterized by presenting the compound cross-section structure which consists of multicomponent which uses a thermoplastic polyester system polymer according to claim 8 as one component.

[Claim 12] The compound filament excellent in the fire retardancy according to claim 11 characterized by coming to allot a thermoplastic polyester system polymer to the sheath section.

[Claim 13] The filament excellent in the fire retardancy according to claim 11 characterized by for compound cross-section structure being a sheath core configuration substantially, and the surface ratio of the core section occupied to the fiber cross section being 50% or more.

[Claim 14] It is the filament excellent in the fire retardancy according to claim 13 characterized by the melting point of the sheath section being [ whose melting point of a core section component is 150 degrees C or more less than 270 degrees C ] lower than the melting point of a core section component 20 degrees C or more less than 80 degrees C.

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the polyester system filament which is excellent in the fire retardancy which is not in the former, thermal resistance, coloring nature, weatherability, an expanding recovery property, and a hauling property as various industrial materials, such as a rope which is excellent in expanding recoverability, a fishing net, a network or an object for office work, and a chair for cars, the still more nearly usable multi in the textile field, or a monofilament.

[0002]

[Description of the Prior Art] The rope which is excellent in flexible recoverability in the molecular orientation filament which considers as a presentation the thermoplastic polyester block copolymer which has comparatively high tensile strength and is moreover excellent in the recovery property over advanced expanding and bending deformation, When it is going to apply to industrial materials, such as an object for the office work of high performance, a chair application for cars, etc. which serve as an alternative of cushioning materials, such as conventional urethane, as a fishing net, a network, or a textile gestalt using the elasticity, For example, the scarce thing is known by the fire retardancy, and weatherability and the stability

over an operating environment called heat-resistant aging nature compared with fiber, such as usual polyester, and these properties were making it that to which application was restricted above.

[0003] Here, using inorganic compounds, such as an antimony trioxide, together with organic halogenated compounds, such as hexabromobenzene and deca BUROMO phenyl ether, as a fire-resistant assistant to a copolymer is conventionally known as a technique of improving the fire retardancy of the filament which consists of a thermoplastic polyester system polymer.

[0004] However, by such approach, when a filament was used outdoors etc. for a long period of time, fire-resistant effectiveness might be lost by the poor appearance, heat, or photodegradation because a flame retarder carries out bleed out, and it might become inflammability, and there were problems, -- dynamics properties which are the descriptions of the filament which uses a thermoplastic polyester system polymer as a raw material further, such as expanding recoverability and comparatively high reinforcement, are spoiled --.

[0005] Then, the approach (JP,4-14132,B) of adding the amount halogenation bisphenol A mold phenoxy resin of giant molecules and an inorganic system fire retardancy assistant, the approach (JP,53-18068,B) of adding a bromination epoxy resin, etc. are proposed as an approach of solving the problem of such fire retardancy and stagnation stability. In carrying out and giving fire retardancy also by paddles and these cases, there is the need of adding the above-mentioned flame retarder so much, and there are poor shaping by the gelation in the time of elevated-temperature shaping, a fall of the mechanical physical properties by light, and a problem to which especially expanding recoverability falls.

[0006] Furthermore, there is the approach of adding and copolymerizing the fire-resistant grant matter for the purpose of amelioration of the above-mentioned trouble at the time of polymer manufacture, and the approach (JP,55-41610,B) using various phosphorus system compounds is proposed from the former. However, in these cases, there was a problem of the fire retardancy to expect running short.

[0007]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] Therefore, the purpose of this invention is offering the thermoplastic polyester system filament which is excellent in both fire retardancy weatherability and heat-resistant aging nature, and is excellent in kinetic property, such as expanding recoverability in the configuration for which a filament is moreover used.

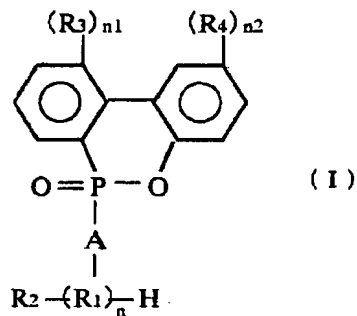
[0008]

[Means for Solving the Problem] That is, this invention is the filament excellent in the fire retardancy which uses aromatic series dicarboxylic acid as a main acid component, uses the dihydroxy compound of aliphatic series and/or an alicycle group as a main glycol component, and is characterized by consisting of a thermoplastic polyester system polymer which \*\*, I has

and becomes 500-50000 ppm about the phosphorus compound further shown by the following general formula (I).

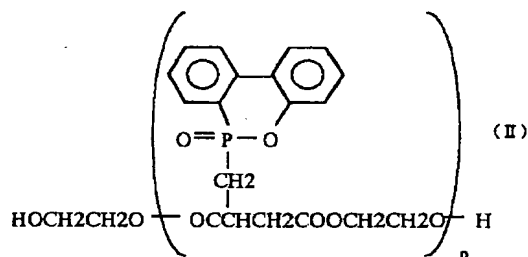
[0009]

[Formula 6]



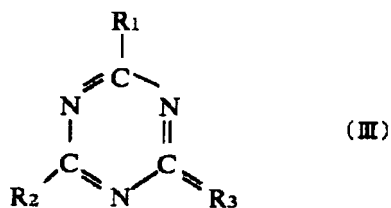
[0010] or [ however, / that the ester moldability functional group of monovalence, and R3 and R4 are the same the inside R1 and R2 of a formula ] -- or it is a different radical and a hydrogen atom, a halogen atom, the hydrocarbon group of carbon numbers 1-10, and A express bivalence or trivalent organic residue, respectively. n1 and n2 express the integer of 0-4, respectively, and n expresses two or more integers. And a filament, [0011] [ excellent in the fire retardancy of the above-mentioned publication characterized by showing a concrete target a phosphorus compound by the following general formula (II) ]

[Formula 7]



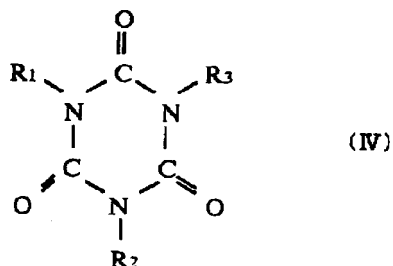
[0012] (n expresses two or more integers among a formula.) A filament, [0013] [ excellent in the fire retardancy of the above-mentioned publication characterized by consisting of a fire-resistant polyester system polymerization body composition object with which the filament excellent in the fire retardancy characterized by coming to contain triazine compound and/or its derivative, triazine compound, and/or its derivative are shown in a thermoplastic polyester system polymer by following general formula (III)- (V) ]

[Formula 8]



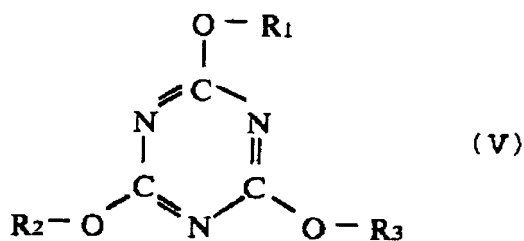
[0014]

[Formula 9]



[0015]

[Formula 10]



[0016] the inside R1, R2, and R3 of a formula -- a hydrogen atom, the amino group, an alkyl group, and an annealing radical -- it is a phenyl group, and even if R1, R2, and R3 are the same, they may differ. The filament excellent in the fire retardancy of the above-mentioned publication to which molecular weight of a phosphorus compound is characterized by or more 800 being 9000 or less, The filament excellent in the fire retardancy of the above-mentioned publication characterized by a polyester system polymer being a thermoplastic polyester block copolymer, A filament, [0017] [ excellent in the fire retardancy of the above-mentioned publication characterized by a thermoplastic polyester block copolymer coming to contain the low-melt point point polymer segment of molecular weight 400-6000 ] Breaking strength 60% or more byd in 0.5g /or more [ whenever / excellent in fire retardancy of the above-mentioned publication characterized by copolymerization rate of low-melt point point polymer segment being 5 - 60 % of the weight filament, and breaking extension ] And the filament excellent in



the fire retardancy of the above-mentioned publication characterized by the expanding recovery factor after 10% expanding in 80 degrees C being 80% or more, The filament excellent in the fire retardancy of the above-mentioned publication characterized by carbon black coming to contain 0.1% of the weight or more in a thermoplastic polyester system polymer, The filament excellent in the fire retardancy characterized by presenting the compound cross-section structure which consists of multicomponent which uses the thermoplastic polyester system polymer of the above-mentioned publication as one component, The compound filament excellent in the fire retardancy of the above-mentioned publication characterized by coming to allot a thermoplastic polyester system polymer to the sheath section, The filament excellent in the fire retardancy of the above-mentioned publication characterized by for compound cross-section structure being a sheath core configuration substantially, and the surface ratio of the core section occupied to the fiber cross section being 50% or more, And the melting point of a core section component is 150 degrees C or more less than 270 degrees C, and the melting point of the sheath section is the filament excellent in the fire retardancy of the above-mentioned publication characterized by being lower than the melting point of a core section component 20 degrees C or more less than 80 degrees C. Hereafter, this invention is explained in full detail.

[0018] It is desirable to be a copolymer which consists of a \*\*\*\*\* polyester segment and a low-melt point point polymer segment of molecular weight 400-6000 especially, and for the melting point at the time of forming a high polymer only by the high-melting polyester segment constituent to be 150 degrees C or more, and to be a thermoplastic polyester block copolymer with which the melting point thru/or softening temperature at the time of measuring only by the low-melt point point polymer segment constituent consists of a constituent 80 degrees C or less, although the thermoplastic polyester system polymer which is the raw material of the filament in this invention means the polycondensation object which has an ester bond.

[0019] When the polyester block copolymer which is the raw material of this filament is described in more detail, as a high-melting rigid polyester segment constituent, it is aromatic series dicarboxylic acid, such as terephthalic-acid, isophthalic acid, 1, 5-naphthalene dicarboxylic acid, 2, 6-naphthalene dicarboxylic acid, 4, and 4'-diphenyl dicarboxylic acid, screw (4-carboxyphenyl) methane, and a screw (4-carboxyphenyl) sulfone, or the ester of those, and [0020], for example. The polyester manufactured from diols, such as ethylene glycol, propylene glycol, tetramethylene glycol, pentamethylene glycol, 2, and 2-dimethyl trimethylene glycol, hexamethylene glycol, a deca methylene glycol, p-xylylene glycol, and cyclohexane dimethanol, these two or more kinds of dicarboxylic acid or the copoly ester using two or more kinds of diols, [0021] The polyether ester manufactured from aromatic series ether dicarboxylic acid, such as poly lactone [, such as polyester guided from oxy acid and those ester such as p-(beta-hydroxy ethoxy) benzoic acid, and poly PIBARO lactone, ], 1, and 2-screw (4 and

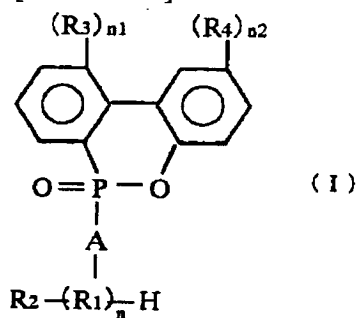
4'-dicarboxy phenoxy) ethane, and the above-mentioned diol and the copoly ester which combined the above dicarboxylic acid, oxy acid, and diols further can be shown.

[0022] As a constituent of the low-melt point polymer segment of molecular weight 400-6000, polyalkylene ether glycols, such as the Pori (ethyleneoxide) glycol, the Pori (propylene oxide) glycol, and the Pori (tetramethylen oxide) glycol, and such mixture, the copolymerization polyether glycol that copolymerized these polyether glycol constituents further can be shown, for example. Moreover, the aliphatic series dicarboxylic acid of carbon numbers 2-12 and the polyester manufactured from the aliphatic series glycol of carbon numbers 2-10, for example, a polyethylene RENAJI peat, a polytetramethylene horse mackerel peat, polyethylene sebacate, poly NEOBEN chill sebacate, polytetramethylene dodeca NETO, polytetramethylene azelate, polyhexamethylene azelate, a Polly epsilon-caprolactone, etc. can be shown. The polyester polyether copolymer which furthermore combined the above-mentioned polyester and a polyether can be shown. The rate of the low-melt point polymer segment constituent in the above-mentioned polyester copolymer has 5 - 60 desirable % of the weight, and it is 20 - 50 % of the weight more preferably.

[0023] It is characterized by adding the phosphorus compound shown by the following general formula (I) so that the phosphorus atom content in the above-mentioned polyester may be set to 500-50000 ppm.

[0024]

[Formula 11]

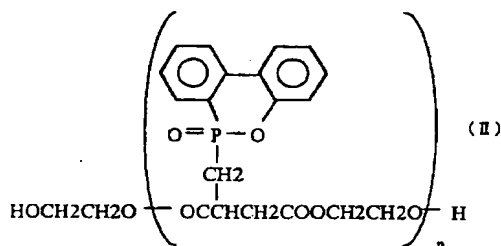


[0025] or [ however, / that the ester moldability functional group of monovalence, and R3 and R4 are the same the inside R1 and R2 of a formula ] -- or it is a different radical and a hydrogen atom, a halogen atom, the hydrocarbon group of carbon numbers 1-10, and A express bivalence or trivalent organic residue, respectively. n1 and n2 express the integer of 0-4, respectively, and n expresses the integer of 5-10 still more preferably three or more preferably two or more.

[0026] And a general formula (I) is more preferably characterized by adding the phosphorus compound shown by the following general formula (II).

[0027]

[Formula 12]



[0028] (n expresses the integer of 5-10 still more preferably three or more preferably two or more among a formula.)

[0029] In this invention, it is appropriate for the phosphorus compound shown by the general formula (I) that 500-50000 ppm is made to be contained in a polymer as a phosphorus atom, and it is desirable to use it for 5000-10000 ppm especially. It is not inferior in the case many, and more desirable than the range of the above [ the amount of the above-mentioned phosphorus compound used ].

[0030] As for the molecular weight of the phosphorus compound shown by the general formula (I) and (II), 800-9000 are desirable, and it is 2000-5000 more preferably. A phosphorus atom exists [ the method of unit \*\*\*\* ] locally repeatedly in a polymer, and this phosphorus compound can obtain the more effective fire-resistant engine performance.

[0031] These polyester block copolymers can be manufactured by the usual polycondensation method. As a suitable approach, aromatic series dicarboxylic acid or its dimethyl ester, Low-melt point point segment formation diol and molecular-weight diol are heated in temperature of about 150-260 degrees C under existence of a catalyst. Subsequently, the water or the methanol formed of the polycondensation reaction or the ester exchange reaction is removed. How to use as a high-polymer polyester mold block copolymer by heating the generated prepolymer under a vacuum and removing superfluous low-molecular-weight diol, By maintaining a system at a high vacuum and removing a volatile component, after carrying out the mixed reaction of the end functional group of the high-melting polyester segment plasticity prepolymer adjusted beforehand, and the compound of two functionality which reacts There is the approach of using as an ester block copolymer etc. carrying out heating mixing of the approach, and the high-polymer high-melting polyester and the high-polymer lactone monomer used as a polyester block copolymer, and carrying out ring opening polymerization of the lactone.

[0032] even if it adds in the case of an ester exchange reaction as an approach of adding the phosphorus compound shown by the general formula (I) and (II) -- the polycondensation front stirrup after an ester interchange -- a polycondensation reaction -- it can also add by the initial

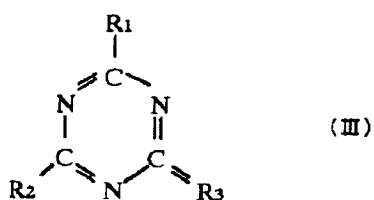
stage comparatively and is not limited especially as the addition approach.

[0033] About [ that fiber and the opening dynamics property fall ] and spinning nature also falls, and the addition of the phosphorus compound shown by the general formula (I) and (II) is not desirable, if it is 0.1 - 20 weight section, and there is little fire-resistant effectiveness and it exceeds 20 weight sections less than [ this ] to the polyester block-copolymer 100 weight section. It is 0.5 - 10 weight section more preferably.

[0034] the triazine compound shown in this invention by following general formula (III)- (V) other than the above-mentioned phosphorus system compound -- and -- or the derivative may be added.

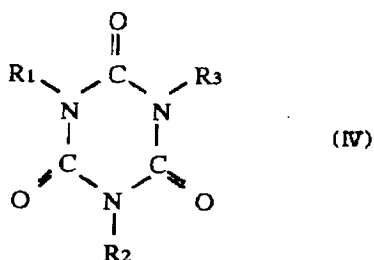
[0035]

[Formula 13]



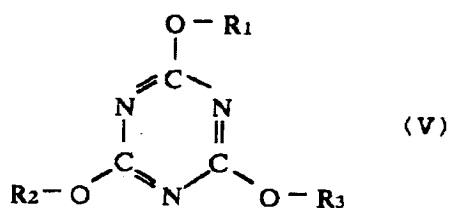
[0036]

[Formula 14]



[0037]

[Formula 15]



[0038] (The inside R1, R2, and R3 of a formula is a hydrogen atom, the amino group, an alkyl group, an annealing radical, and a phenyl group, and even if R1, R2, and R3 are the same, it

may differ.)

[0039] Furthermore as a derivative of triazine compound, the isocyanate radical content compound shown by the following general formula is also mentioned.  $R1-(NCO)_n$  (the structure of  $n=1-4$  and  $R1$  is arbitrary here.) -- the among these most general thing is used as a raw material of urethane, such as MDI and TDI. Especially the melamine SHIANU rate that is the addition product of a melamine and cyanuric acid at the point of not reducing the physical properties of a polyester block copolymer in these, and not producing a blooming is desirable. Still more preferably, it is a powder-like melamine SHIANU rate and the mean particle diameter of \*\*\*\*\* when an image analyzer analyzes the image of \*\*\*\*\* photoed with the scanning electron microscope (SEM) is 2 micrometers - 100 micrometers. As an addition of triazine compound and/or its derivative, 0.5 - 20 weight section is desirable to the polyester block-copolymer 100 weight section. 1 - 5 weight section is especially desirable from the field of flexibility and fire retardancy.

[0040] As an approach of adding the above-mentioned phosphorus system compound or triazine compound, and/or its derivative, even if it adds in the case of an ester exchange reaction, it can mix using kneading machines, such as a thing of a polycondensation reaction before the polycondensation after an ester interchange comparatively added by the initial stage, and a heating roller, an extruder, the Banbury mixer, and is not limited especially as the addition approach.

[0041] Furthermore, the constituent of this invention can add one or more kinds for the nucleating additive of molecule regulators, such as light stabilizer, such as anti-oxidants, such as a hindered phenol system well-known as an additive, a sulfur system, and a phosphorus system, a hindered amine system, a triazole system, a benzophenone system, a benzoate system, a nickel system, and a salicyl system, an antistatic agent, lubricant, and a peroxide, a metal deactivator, organic, and an inorganic system, a neutralizer, antacid, an antimicrobial agent, a fluorescent brightener, a bulking agent, a flame retarder, a fire-resistant assistant, etc.

[0042] As a hindered phenolic antioxidant 3, 5-G t-butyl-4-hydroxy-toluene, n-octadecyl-beta-(4'-hydroxy-3', 5'-G t-butylphenyl) propionate, Tetrakis [methylene-3-(3', 5'-G t-butyl-4-HIDOROKISHI benzyl) benzene, Calcium (3 5-G t-butyl-4-hydroxy-benzyl-monoethyl-phosphate), A triethylene glycol-screw [3-(3-t-butyl-5-MECHIRU 4-hydroxyphenyl) propionate], 3, 9-screw [1 and 1-dimethyl-2-{beta-(3-t-butyl-4-hydroxy-5-methylphenyl) propionyloxy} ethyl] tetraoxaspiro [2, 4, 8, and 10-] [5, 5] undecane, Screw [3 and 3-screw (4'-hydroxy-3'-t-butylphenyl) butanoic acid] glycol ester, A tocopherol, 2, and 2'-ethylidene screw (4, 6-G t-butylphenol), N and N' screw [ - ] [3-(3, 5-G t-butyl-4-hydroxyphenyl) propionyl] hydrazine, A 2 and 2'-oxamide screw

[ethyl-3-(3, 5-G t-butyl-4-hydroxyphenyl) propionate], 1, 1, 3-tris (2-methyl-4-hydroxy-5-t-buthylphenyl) butane, 1, 3, 5-tris (3', 5' - G t-butyl -4'-hydroxybenzyl)-S-triazine - 2, 4, 6(1H, 3H, 5H)-trione, 1, 3, 5-tris (4-t-butyl-3-hydroxy - 2, 6-dimethylbenzyl) isocyanurate, 3 5-G t-butyl-4-hydroxy HIDOROSHINNAMIKKUASHIDO triester UIZU - 1, 3, 5-tris (2-hydroxyethyl)-S-triazine - 2, 4, 6 (1H, 3H, 5H), etc. can be mentioned.

[0043] as a sulfur system anti-oxidant -- dilauryl -3 and 3' - thiodipropionic acid ester, dimyristyl -3, and 3' - thiodipropionic acid ester, distearyl -3, and 3' - thiodipropionic acid ester, lauryl stearyl -3, and 3' - thiodipropionic acid ester, dioctadecyl sulfide, pen TAERISUTORI toll-tetrapod (beta-lauryl-thiopropionate) ester, etc. can be mentioned.

[0044] As a phosphorus system anti-oxidant, a tris (mixed \*\* monochrome and JINORIRU phenyl) FOSU fight, A tris (2, 3-G t-buthylphenyl) FOSU fight, 4, and 4'-butylidenebis (3-methyl-6-t-buthylphenyl-G tridecyl) FOSU fight, 1, 1, 3-tris (2-methyl - 4-G tridecyl FOSU fight-5-t-buthylphenyl) butane, A screw (2, 4-G t-buthylphenyl) pentaerythritol-G FOSU fight, Tetrakis (2, 4-G t-buthylphenyl) -4, a 4'-biphenylene phosphor night, A screw (2, 6-G t-butyl-4-methylphenyl) PENTA ERIS toll-G FOSU fight, 2' A 2'-ethylidene-screw (4, 6-G t-buthylphenyl)-2-ethylhexyl-FOSU fight, A screw (2, 4, 6-G t-buthylphenyl) pentaerythritol-G FOSU fight, Triphenyl phosphite, diphenyl DESHIRU phosphite, JIDESHIRU phenyl phosphite, Tridecyl phosphite, trioctyl phosphite, tridodecyl phosphite, a trio KUTADESHIRUFOSU fight, TORINO nil phenyl phosphite, tridodecyl TORICHIO phosphite, etc. can be mentioned.

[0045] Light stabilizer is succinic acid dimethyl and 1-(2-hydroxyethyl)-4-hydroxy as a hindered amine system. - A polycondensation object with 2, 2, 6, and 6-tetramethyl PIPEROJIN, The Pori [[6-(1, 1, 3, and 3-tetrabutyl) imino-1,3,5-triazine -2 and 4-diyl] hexamethylene [(2, 2, 6, and 6-tetramethyl-4-piperidyl) Ymer]], The screw (1, 2, 2, 6, and 6-pentamethyl-4-piperidyl) ester of a 2-n-butyl malonic acid, Derivatives, such as a 2-(3, 5-G t-butyl-4-hydroxybenzyl)-2-n-butyl malonic-acid screw (1, 2, 2, 6, and 6-pentamethyl-4-piperidyl), Tetrakis (2, 2, 6, and 6-tetramethyl-4-piperidyl) - 1, 2, 3, 4-butanetetracarboxylate, Screw (2, 2, 6, and 6-tetramethyl-4-piperidyl) sebacate, The polycondensation object of an N and N'-screw (2, 2, 6, and 6-tetramethyl-4-piperidyl) hexamethylenediamine and 1,2-dibromoethane, Pori [(N and N'-screw (2, 2, 6, and 6-tetramethyl-4-piperidyl) hexamethylenediamine) -(4-mono-HORINO-1,3,5-triazine 2, 6-diyl)-Screw (3, 3, 5, and 5-tetra-MICHIRU piperazinone), Tris (2, 2, 6, and 6-tetramethyl-4-piperidyl)-dodecyl - 1, 2, 3, 4-butanetetracarboxylate, Tris (1, 2, 2, 6, and 6-pentamethyl-4-piperidyl)-dodecyl - 1, 2, 3, 4-butanetetracarboxylate, Screw (1, 2, 2, 6, and 6-pentamethyl-4-piperidyl) sebacate, 1, 6, 11-tris [{4, and 6-screw (an N-butyl-N-(1, 2, 2, 6, and 6-pentamethylpiperidine-4-IRU) amino-1,3,5-triazine-2-IRU} amino] undecane --) 1-[2-[3-5-G

t-butyl-4-hydroxyphenyl propionyloxy]-2, 2 and 6, 6-TETORO methyl piperidine, 8-benzyl - 7, 7, 9, and 9-tetramethyl-3-octyl-triazaspiro [ 1, 3, and 8-] [4, 5] undecane -2, 4-dione, 4-benzoyloxy - 2, 2, 6, and 6-tetramethylpiperidine, N and N'-screw (3-aminopropyl) ethylenediamine -2, a 4-screw [N-butyl-N-(1, 2, 2, 6, and 6-pentamethyl-4-piperidyl) amino]-6-chloro-1,3,5-triazine condensate, etc. can be mentioned. Although use of a 2-(3, 5-G t-butyl-4-hydroxybenzyl)-2-n-butyl malonic-acid screw (1, 2, 2, 6, and 6-pentamethyl-4-piperidyl) is recommended in this from viewpoints, such as effectiveness of optical stabilization and long term stability in the inside of fiber, and dispersibility, they are not natural, besides the thing limited.

[0046] A triazole system, a benzophenone system, a benzoate system, a nickel system, As light stabilizer, such as light stabilizer triazole systems, such as a salicylic-acid system, a benzophenone system, a benzoate system, a nickel system, and a salicylic-acid system 2 and 2'-dihydroxy-4-methoxybenzophenone, 2-hydroxy-4-n-octoxybenzophenone, A p-t-buthylphenyl SARISHI rate, 2, 4-G t-buthylphenyl -3, 5-G t-butyl-4-hydroxy benzoate, 2-(2'-HIDOOKISHI -5'-methylphenyl) benzotriazol, 2-(2'-hydroxy-3', 5'-G t-friend roux phenyl) benzotriazol, 2-(2'-hydroxy-3'-t-butyl -5'-methylphenyl)-5-chlorobenzo triazole, 2-(2'-hydroxy-3', 5'-G t-buthylphenyl)-5-chlorobenzo triazole, 2, a 5-screw-[5'-t-butyl benzoxazolyl-(2)]-thiophene, [screw (3 and 5-G t-butyl-4-hydroxybenzyl phosphoric acid monoethyl ester] nickel salt --) 2-ethoxy-5-t-butyl-2' -- 85 - 90% of - ethyl OKISA rucksack acid-screw-anilides, and 2-ethoxy-5-t-butyl -2 -- '- ethyl -4' -- the mixture of 10 - 15% of -t-butyl OKISA rucksack acid-screw-anilides -- 2-(3, 5-G t-butyl-2-hydroxyphenyl) benzotriazol, 2-[2-hydroxy-3 and 5-screw (alpha and alpha-dimethylbenzyl) phenyl]-2H-benzotriazol, 2-ethoxy -2 -- '- ethyl-oxalic acid-bis anilide and 2-[2' -- HIDOOKISHI-5'-methyl -3'-(3", 4", and 5", 6"-tetrahydro phthalimide-methyl) phenyl. --] -- benzotriazol -- Screw (5-benzoyl-4-hydroxy-2-methoxypheny) methane, 2-(2'-hydroxy-5'-t-octyl phenyl) benzotriazol, 2-hydroxy-4-i-octoxybenzophenone, a 2-hydroxy-4-dodecyloxy benzophenone, a 2-hydroxy-4-octadecyloxy benzophenone, etc. can be mentioned. Especially the thing for which a benzotriazol system compound is used together and used with the light stabilizer of the above-mentioned hindered amine system is desirable.

[0047] As an antistatic agent, glycerol fatty-acid (C8-C22) ester, Sorbitan fatty-acid (C8-C22) ester, propylene glycol fatty-acid (C8-C22) ester, Cane-sugar acid fatty-acid (C8-C22) ester, citric-acid monochrome (JI or Tori) stearyl ester, Pentaerythritol fatty-acid (C8-C18) ester, trimethylol propane fatty-acid (C8-C18) ESUERU, Polyglycerin fatty-acid (C8-C22) ester, polyoxyethylene (20 mols) glycerol fatty-acid (C12-C18) ester, OIRI oxyethylene (20 mols) sorbitan fatty-acid (C12-C18) ester, Polyethylene-glycol fatty-acid (C8-C22) ester, the polyoxyethylene fatty alcohol (C12-C20) ether, Polyoxyethylene (4-50 mols) alkyl (four or

more C) phenyl ether, N and N-screw (2-hydroxyethyl) fat (C8-C18) amine, A fatty acid, and the condensation product by diethanolamine, polyoxypropylene polyoxyethylene block polymer, Nonionic surfactants, such as a polyethylene glycol and a polypropylene glycol; An alkyl (C10-C20) sulfonate (Na, K, NH<sub>4</sub>), Alkyl naphthalenesulfonic acid (salt Na) sodium dialkyl (C4-C16) sulfone succinate, Alkyl (C8-C20) sulfate (Na, K, NH<sub>4</sub>), Both ionic surfactants, such as anionic detergent; N-acyl (C8-C18) ZARUKOSHINETO which is a fatty-acid (C8-C22) salt (Na, K, NH<sub>4</sub>) etc.; the assistant of others, such as polyacrylic acid and its sodium salt, etc. can be mentioned.

[0048] As lubricant, a hexyl amide, an octyl amide, a stearyl amide, Oleylamide, erucyl amide ethylene-bis-stearyl amide, a lauryl amide, The saturation or the partial saturation aliphatic series amide, and its derivative of the carbon numbers 3-30, such as a behenyl amide, methylene-bis-stearyl amide, and a ricinoleic amide; A butyl stearate, isobutyl stearate etc. -- etc. -- saturation [ of carbon numbers 3-30 ] or partial saturation aliphatic series ester, and its derivative; -- commercial silicone release agent silicone oil -- Silicone compounds, such as silicone gum; fluorine system compounds, such as a commercial fluorine system release agent and 4 FU \*\* -ized ethylene, etc. can be mentioned.

[0049] As metal deactivator, it is 3-N'-SARICHI roil amino. - 1, 2, 4-triazole, Salicylaldehyde, salicyl hydrazine, N, and N'-screw-[3-(3, 5-G t-butyl-4-hydroxyphenyl) propionyl] hydrazine, An oxalyl-screw [benzylidene hydrazide], 9, 10-dihydro - 9-OKISA-10-phosphaphenanthrene-10-oxide, 3, 4, 5, 6-dibenzo - 1, 2-OKISAFOSU fan-2-oxide, A tris [2-t-butyl-4-thio (2' - methyl -4'-hydroxy-5-t-butyl) phenyl-5-methyl] phenyl FOSU fight, 2 and 2'-oxamide-screw - [Ethyl -3 (3, 5-G t-butyl-4-hydroxyphenyl) propionate] etc. can be mentioned.

[0050] As a nucleating additive, 1, 3, 2, 4-G benzylidene-Sol Beetle, 1, 3, 2, 4-G G (p-methyl-benzylidene) sorbitol, 1, 3, 2, 4-G (p-ethyl-benzylidene) sorbitol, 1, 3, 2, 4-G (2', 4'-G methyl-benzylidene) sorbitol, 1, the 3-p-chloro-benzylidene -2, a 4-p-methyl-benzylidene-sorbitol, 1, 3, 2, 4-G (p-propyl-benzylidene) sorbitol, Aluminum-monochrome-hydroxy-G p-t-butyl benzoate, Sodium-screw (4-t-buthylphenyl) phosphate, sodium -2, 2'-methylenebis-(4, 6-G t-butyl-phenyl) phosphate, Talc, a sodium benzoate, a lithium -2, 2'-methylenebis-(4, 6-G t-buthylphenyl) phosphate, etc. can be mentioned.

[0051] As a neutralizer and antacid, lithium stearate, 1, 2-hydroxy lithium stearate, Stearoyl sodium lactate, sodium stearate, a stearin acid potassium, A behenic acid lithium, a MONTAN lithium, behenic acid sodium, montanoic acid sodium, Calcium stearyl lactate, behenic acid calcium, montanoic acid calcium, Stearin acid KADONTUMU, lauryl acid cadmium, ricinoleic-acid cadmium, Naphthenic-acid barium, 2-ethyl HEKISOIN acid barium, barium



stearate, 2-ethyl HEKISOIN acid barium, calcium stearate, lauryl acid calcium, Ricinoleic-acid calcium, stearin acid strontium, zinc stearate, Lauric-acid zinc, ricinoleic-acid zinc, 2-ethyl HEKISOIN acid zinc, Stearin zinc, dibasicity lead stearate, naphthenic-acid lead, tin stearate, Higher fatty acids, such as aluminum stearate and magnesium stearate, The alkali or the alkaline earth metal salt of an alkyl lactic acid; A basic magnesium aluminum hydroxy-carbonate hydrate (hydrotalcite), A basic zeolite, epichlorohydrin, the bisphenol A polymerization objects and epoxidation soybean oil, epoxidation fatty change MONOESUERU, epoxidation alicyclic fatty acid ester, the poly carbodiimides, an isocyanate system compound, etc. can be mentioned.

[0052] As a bulking agent, carbon black, a magnesium oxide, an aluminum oxide, Oxidization silicon, a calcium oxide, titanium oxide, chromium(III) oxide, an iron oxide, A zinc oxide, a silica, diatomaceous earth, an alumina fiber, antimony oxide, a barium ferrite, Oxides, such as a stolon CHIMUFE light, beryllium oxide, a pumice, and pumice balun, A basic object or hydroxides, such as a magnesium hydroxide, an aluminum hydroxide, and basic magnesium carbonate; A magnesium carbonate, A calcium carbonate, a barium sulfate, an ammonium sulfate, calcium sulfite, Carbonates, such as a dolomite and a dawsonite; A calcium sulfate, a barium sulfate, Sulfates, such as an ammonium sulfate, calcium sulfite, and basic magnesium sulfate (\*\*); A specific silicate, A magnesium silicate, aluminum silicate, a potassium silicate, a calcium silicate, Talc, clay, a mica, asbestos, a glass fiber, a MOMMORI light, Silicate, such as glass balun, a glass bead, and Pentona Ito; A kaolin (kaolin), A pearlite, iron powder, copper powder, lead powder, aluminium powder, a molybdenum sulfide, a boron fiber, silicon carbide fiber, brass fiber, potassium titanate, titanate-acid lead zirconate, zinc borate, boric acid aluminum, metaboric acid barium, boric acid calcium, sodium borate, etc. can be mentioned. In the purpose which raises the photodegradation-proof of a filament especially, carbon black is suitable especially as a shielding effect of the light in a monofilament configuration.

[0053] the filament which consists of the above-mentioned presentation -- whenever [ breaking extension ] -- 60% or more and breaking strength -- 0.5 or more g/d -- and the expanding recovery factor after 10% expanding in 80 degrees C is 80% or more -- \*\* -- it is desirable. That is, the problem that the proper elastomer-description cannot be demonstrated with it being less than 60% whenever [ breaking extension ] arises. It is 80% or more preferably. Moreover, the problem that a load inadequate [ the strength of the textile in which breaking strength is formed by less than 0.5 g/d ], and static is not borne arises. 0.8 or more g/d is 1.5 or more g/d still more preferably. However, if the reinforcement of fiber exceeds 4.0 g/d conversely, the initial load inclination of a textile starts and it is not desirable on a textile design. It is very important from a viewpoint of the endurance as a charge of a cushioning material, and slack arises in a textile and the product top of the expanding recovery factor after 10% expanding in 80 more degrees C is not desirable, either, while elasticity falls repeatedly that it is less than

80% by use. The desirable rate of elastic recovery is 90% or more from such a viewpoint.

[0054] As an approach of manufacturing the filament which has the above-mentioned dynamics property, a polymer is supplied to the hopper area of a spinning machine which has extrusion equipment of a monopodium, the spinning roller of fixed speed takes over, extruding the polymer of a constant rate from the spinning nozzle of one to 50 hole, and it takes over, extending constant temperature heating apparatus through and about 3 to 6 times continuously further, and rolls round through a roller. At this time, draw magnification is changed according to the target yarn property.

[0055] The polymer which comes to contain triazine compound and/or its derivative in a thermoplastic polyester block copolymer among the above-mentioned presentations requires that a limiting oxygen index is 20 or more. In difficulty flammability, only inadequate effectiveness is acquired as a limiting oxygen index is less than 20.

[0056] Furthermore, it is the compound filament characterized by for the above-mentioned filament being a real sheath core configuration in this invention, and the surface ratio of the core section occupied in a fiber cross section being 50% or more. And the melting point of the core section component is 150 degrees C or more less than 270 degrees C, and the melting point of the sheath section is lower than the melting point of the core section 20 degrees C or more less than 80 degrees C, and it is the compound filament characterized by specifically using the above-mentioned thermoplastic polyester block copolymer as a sheath section component. Here, eccentricity of the core may be carried out to the sheath core configuration that the configuration of a cross section should just be carrying out the concentric array. Moreover, although a part of core component may be exposed to a front face when extreme, it is desirable for a sheath component to be 70% or more still more preferably 50% or more to the surface area of an average of fiber preferably.

[0057] As one of the effectiveness of this invention, although these various above-mentioned additives may be added to whichever of a sheath core, here About that to which effectiveness of directions [, such as a flame retarder, light-proof and an absorbent and lubricant, and especially an antimicrobial agent, ] blended with the fiber front face improves The amount of an additive can be saved by blending mostly by the sheath section, it is economical and it is mentioned that the fall of dynamics properties, such as reinforcement which was the conventional trouble in the case of needing about [ that it is ] and it for a large quantity, is remarkably improvable etc. This effectiveness enables advanced design of adding the difficult addition in order to spoil the dynamics property of yarn conventionally for example, in the sheath section, formula of not adding at all being conversely the most effective for the core section, giving functions, such as fire retardancy, light-proof, smooth nature, and an antibacterial one, in the sheath section, and giving dynamics properties, such as reinforcement and elasticity, by the core section. The

fire-resistant level of the yarn by this invention is actually in the level which exceeds the conventional polyester system filament far.

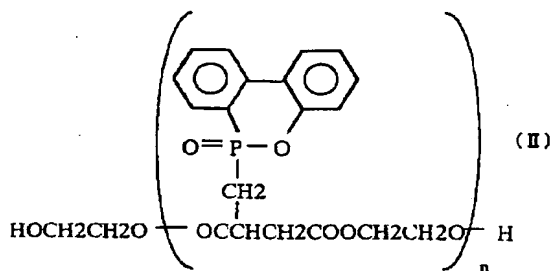
[0058] The important matter when using this copolymerization elastomer is that the so-called creep property that a permanent set remains the fall of expanding recoverability at the time of deformation, when a fixed load joins a long period of time, and when [ the dynamics property as an original elastomer by copolymerization, especially ] falls repeatedly. According to this patent, it is possible to be able to adjust both copolymerization concentration and the amount of an additive and to give various functions by arranging it in the so-called sheath core configuration, using the polymer of two components, as already stated. For example, as for the polymer which effect comes to an expanding recovery property or the creep engine performance size, and is allotted to the core section, it is desirable to reduce the amount of copolymerization and an addition. Moreover, it is desirable to increase a flame retarder and the amount of copolymerization to the sheath section which receives direct flame, light, etc. rather. If especially inorganic additives, such as carbon black, are blended only with a surface layer as a light-proof shielding effect, effectiveness is expectable enough. Here, the ratio of the sheath section and the core section is important, and in order to maintain a dynamics property, it is more desirable. [ 50% or more and 70% or more of ] Moreover, after giving a difference to the melting point of the elastomer of the sheath section and the core section, that is, making a textile to fiber, partial welding of the sheath section set as the low-melt point point is carried out, and the means of raising the gestalt stability as a textile also becomes possible [ devising as occasion demands ].

[0059]

[Example] An example explains this invention below.

example 1 polymer A:Compound [ of the molecular weight 3000 shown by the following formula Pori (tetramethylen oxide) glycol 2.2mol% of 100 mol %, 1,4-butanediol 97.8mol%, and molecular weight 1000 / about / of dimethyl terephthalates / Phosphorus ] (II) [-- Sanko development national-chemical-laborator product;2-(9 and 10-dihydro-9-OKISA - 10-oxide-10-phosphaphenanthrene-10-IRU) methyl succinic acid screw-(2-hydroxyethyl)-ester polymerization object] -- [0060]

[Formula 16]



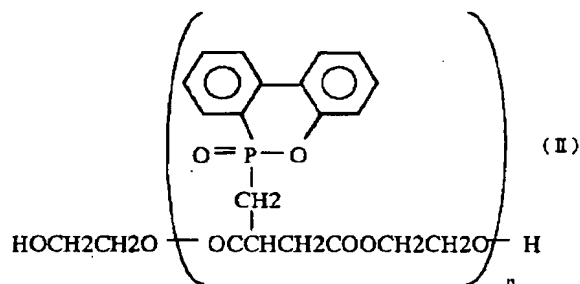
[0061] (n expresses the integer of 7-8 among a formula.) To the polymer to generate, it added so that it might be set to 5000 ppm, to the polymer which makes tetrabutyl titanate titanium metal and generates it as a catalyst, it added so that it might be set to 150 ppm, and the ester interchange was performed at 150-230 degrees C. subsequently, the generated oligomer -- hindered phenol system stabilizer [-- Ciba-Geigy product; -- the Irganox1010]0.2 weight section was added as a slurry of 1,4-butanediol, respectively, under reduced pressure of 3 or less torrs, the melting polymerization was performed at 230-250 degrees C, and the polymer was obtained. The 2 shaft extruder was used for this polymer, and the 0.35 weight section was added for carbon black.

[0062] After carrying out predrying of it for 4 hours under the degree of vacuum of 0.1mmHG(s), and 80-degree C ambient temperature, desiccation processing was performed at 120 degrees C by these vacuum conditions for 12 hours. dry resin -- discharge quantity -- per [ nozzle 1 hole (unit of a monofilament) ] -- it adjusted so that it might become 24 g/min, and spinning was carried out. The condition of the yarn spun was stable. The breathed-out polymer is cooled by passing through about 25-degree C tank installed by having a 150mm air gap. Then, it is extended 4 times through the priming bath controlled by 98 degrees C between the 1st roller by which 27.5 m/min control was carried out, and the 2nd roller controlled by 108 m/min. while making it relax about 1% at the slit mold heater 1 succeedingly controlled by the temperature of 120 degrees C, and the slit mold heater 2 controlled by 160 degrees C -- already -- it was taken over by the 3rd roller and rolled round immediately. The denier of the last yarn is about 2000 deniers, and the result of having excelled in the dynamics property and the fire-resistant property was obtained.

[0063] the polymer of example 2 example 1 -- a 2 shaft kneading machine -- using -- a melamine SHIANU rate -- 10 weight sections addition -- carrying out -- others (it considers as Polymer B) -- the same polymerization as an example 1 and silk manufacture actuation were performed, and target yarn was obtained. Although a dynamics property, especially reinforcement fell whether the numerousness of additives would originate, fire retardancy improved much more.

[0064] The polymer A of example 3 example 1 is used as a core component. As a polymer C of a sheath component 75 mol % of dimethyl terephthalates, Isophthalic acid dimethyl 25mol%, 1,4-butanediol 86.7mol%, Pori (tetramethylen oxide) glycol 13.3mol% of the molecular weight 1000 [ about ] Phosphorus Compound [ of the molecular weight 3000 shown by the following formula ] (II) [-- Sanko development national-chemical-laborator product;2-(9 and 10-dihydro-9-OKISA - 10-oxide-10-phosphaphenanthrene-10-IRU) methyl succinic acid screw-(2-hydroxyethyl)-ester polymerization object] [0065]

[Formula 17]



[0066] (n expresses the integer of 7-8 among a formula.) To the polymer to generate, it added so that it might be set to 5000 ppm, to the polymer which makes tetrabutyl titanate titanium metal and generates it as a catalyst, it added so that it might be set to 150 ppm, and the ester interchange was performed at 150-230 degrees C. subsequently, the generated oligomer -- hindered phenol system stabilizer [-- Ciba-Geigy product; -- the Irganox1010]0.2 weight section was added as a slurry of 1,4-butanediol, respectively, under reduced pressure of 3 or less torrs, the melting polymerization was performed at 230-250 degrees C, and the polymer was obtained. The 2 shaft extruder was used for this polymer, and the 0.35 weight section was added for carbon black.

[0067] Dry by the same actuation as an example 1, respectively, and the resin of two components is separately dissolved using the spinning machine which has the compound nozzle section and two pairs of extrusion equipments which consist of a tube of the duplex beforehand set up so that it might become Polymer A in the core section and might become Polymer C at the sheath section. Discharge quantity was adjusted, and it adjusted so that the discharge quantity of both sum total might serve as 24g per nozzle 1 hole / min, so that the surface ratio of a sheath and a core might be set to 20:80 in the meeting section. In the combination of this resin, temperature higher about 20 degrees C than the melting point of the resin arranged at the core section was set as the temperature of the meeting section, and spinning was carried out. The condition of the yarn spun was stable. Others performed the same actuation as an example 1, and obtained the target filament. The result of having excelled in a dynamics property and fire retardancy was obtained.

[0068] Example [ of a comparison ] 1 polymer D: As Pori (tetramethylen oxide) glycol 2.2mol% of 100 mol %, 1,4-butanediol 97.8mol% and molecular weight 1000 [ about ] of dimethyl terephthalates, and a catalyst, it added so that it might be set to 150 ppm to the polymer which makes tetrabutyl titanate titanium metal and is generated, and the ester interchange was performed at 150-230 degrees C. subsequently, the generated oligomer -- hindered phenol system stabilizer [-- Ciba-Geigy product; -- the Irganox1010]0.2 weight section

was added as a slurry of 1,4-butanediol, respectively, the melting polymerization was performed by 230-250 under reduced pressure of 3 or less torrs, and the polymer was obtained. This polymer was used as the raw material and the monofilament was created by the same actuation as an example 1. Although the dynamics property was excellent, fire retardancy fell remarkably. [0069] The actuation as an example with completely same (it considering as Polymer E) having changed the addition of the phosphorus compound of the polymer of example of comparison 2 example 1 into 300 ppm etc. was performed, and the monofilament was created. Although the dynamics property was excellent, fire retardancy fell remarkably.

[0070]

[Table 1]

実験	デニール	強度 g/d	伸度 %	グリーフ %	伸長回復 率 %	難燃性 最大燃焼速度 mm/min
実施例 1	2030	2.1	82	7.5	88.3	0
実施例 2	2080	1.9	80	7.5	86.5	0
実施例 3	2010	2.06	76	6.8	87.3	0
比較例 1	1980	2.05	77	6.5	87.7	300<
比較例 2	1990	2.11	78	6.5	88	173.4

[0071] (The evaluation approach) The evaluation approach of a publication is shown in this patent detail and an example.

(Strong ductility property) Breaking strength and ductility were evaluated using the tensilon TM measuring device by the cage en tech company from distortion and stress lines which measured 100mm of sample length by the distortion rate for /100% under 25% of temperature, and 65% ambient atmosphere of relative humidity, and asked for him. Each measurement made 5 times of the averages the value respectively.

(Expanding recovery factor) The heating tub adjusted to the temperature of 80 degrees C was installed in the above-mentioned measuring device, similarly, after heating for 2 minutes, it elongated to 30% by the rate of strain for /100%, and deformation was immediately returned to 0% at the same rate after setting to 100mm sample length. 10 seconds after deformation returned, the expanding deformation to 30% was given by the again same rate of strain. From record of the distortion and stress lines of this Tokikazu ream, the amount (x %) of distortion in which stress carries out generating initiation by 2nd expanding was calculated, and the following formulas estimated expanding recoverability.

The plain-weave cloth was created and the combustion test was carried out so that it might become the placing consistency which arranges the fiber obtained in expanding recovery-factor

(%) = 100 - x (fire retardancy) each experiment to circumstances yarn, respectively, and becomes an inch in 22 [ /]. The inflammable trial was fundamentally based on 1091AJIS-L2 law (the MEKKERU burner method). That is, it passed through the above-mentioned textiles and cut to 350mmx250mm at the \*\*\*\*\* longitudinal direction, and the combustion test of n= 5 was carried out on the same conditions as JIS, and was made into the fire-resistant index with the longest carbonization distance of the sum total n= 10, respectively.

(Creep ratio) The load of 1/100gf of each fineness was added in the oven of the heating mold of the end-fire array which took the length of 100cm and set the monofilament as 80 degrees C \*\*2 degrees C, it was left for 10 minutes, and marking of the spacing of 50cm of center sections of fiber was carried out in the condition of having become predetermined temperature. Then, the initial load of the fiber was removed, the load calculated so that fiber might be immediately extended 15% in a room temperature beforehand was added, and it considered as the die length between the above-mentioned marking just behind that (L1). after [ 24 hours ] maintaining oven to the above-mentioned temperature -- again -- the die length -- measuring -- \*\* (L2) -- it carried out. It asked for the creep ratio in an elevated temperature by the following formula.

Creep ratio (%) = 100x (L2-L1) / L1 [0072]

[Effect of the Invention] According to this invention, flexibility, fire retardancy, shaping stagnation stability, a creep property, and an appearance make it possible to offer the filament excellent in the fire retardancy which was very excellent.

**THIS PAGE LEFT BLANK**



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2002-69750  
(P2002-69750A)

(43) 公開日 平成14年3月8日(2002.3.8)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テマコード*(参考)
D 0 1 F 6/84	3 0 6	D 0 1 F 6/84	3 0 6 A 4 J 0 0 2
C 0 8 G 63/692		C 0 8 G 63/692	4 J 0 2 9
C 0 8 K 3/04		C 0 8 K 3/04	4 L 0 3 5
5/3492		5/3492	4 L 0 4 1
C 0 8 L 67/02		C 0 8 L 67/02	

審査請求 未請求 請求項の数14 O L (全 12 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2000-261184(P2000-261184)

(22) 出願日 平成12年8月30日(2000.8.30)

(71) 出願人 000003160

東洋紡績株式会社

大阪府大阪市北区堂島浜2丁目2番8号

(72) 発明者 小田 勝二

滋賀県大津市堅田二丁目1番1号 東洋紡  
績株式会社総合研究所内

(72) 発明者 大田 康雄

滋賀県大津市堅田二丁目1番1号 東洋紡  
績株式会社総合研究所内

(72) 発明者 岡 哲史

滋賀県大津市堅田二丁目1番1号 東洋紡  
績株式会社総合研究所内

最終頁に続く

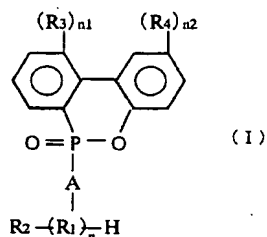
(54) 【発明の名称】 難燃性に優れたフィラメント

(57) 【要約】

【課題】 力学特性および弾性回復性に優れ且つ、難燃性・耐熱性・耐候性およびクリープ特性に優れる各種産業資材用途に最適なポリエステルフィラメントを提供する。

【解決手段】 芳香族ジカルボン酸を主たる酸成分とし、脂肪族及び／又は脂環族のジヒドロキシ化合物を主たるグリコール成分とし、更に下記一般式 (I) で示される燐化合物を500～50000ppm含有してなる熱可塑性ポリエステル系重合体からなる難燃性に優れたフィラメント。

【化1】

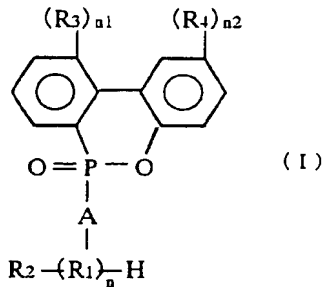


(ただし、式中R1、R2は一価のエステル成形性官能基、R3、R4は同じか又は異なる基であって、それぞれ水素原子、ハロゲン原子、炭素数1～10の炭化水素基、Aは二価もしくは三価の有機残基を表す。n1、n2はそれぞれ0～4の整数を表し、nは2以上の整数を表す。)

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】芳香族ジカルボン酸を主たる酸成分とし、脂肪族及び／又は脂環族のジヒドロキシ化合物を主たるグリコール成分とし、更に下記一般式（I）で示される燐化合物を500～50000ppm含有してなる熱可塑性ポリエステル系重合体からなることを特徴とする難燃性に優れたフィラメント。

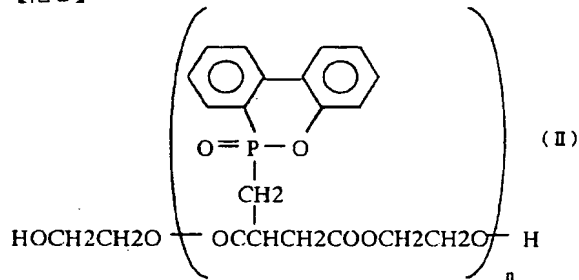
## 【化1】



（ただし、式中R1、R2は一価のエステル成形性官能基、R3、R4は同じか又は異なる基であって、それぞれ水素原子、ハロゲン原子、炭素数1～10の炭化水素基、Aは二価もしくは三価の有機残基を表す。n1、n2はそれぞれ0～4の整数を表し、nは2以上の整数を表す。）

【請求項2】燐化合物が下記一般式（II）で示されることを特徴とする請求項1記載の難燃性に優れたフィラメント。

## 【化2】



（式中、nは2以上の整数を表す。）

【請求項3】破断伸度が60%以上、破断強度が0.5g/d以上で、且つ80℃における10%伸長後の伸長回復率が80%以上であることを特徴とする請求項1記載の難燃性に優れたフィラメント。

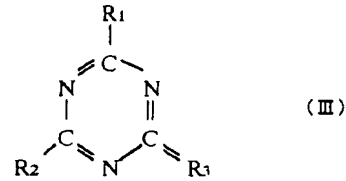
【請求項4】熱可塑性ポリエステル系重合体にカーボンブラックが0.1重量%以上含有されてなることを特徴とする請求項1記載の難燃性に優れたフィラメント。

【請求項5】熱可塑性ポリエステル系重合体にトリアジン系化合物及び／又はその誘導体を含有してなることを特徴とする請求項1記載の難燃性に優れたフィラメント。

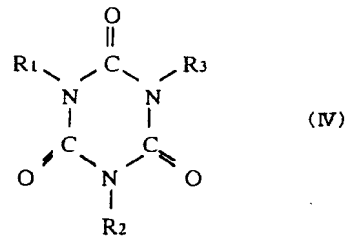
【請求項6】トリアジン系化合物及び／又はその誘導体が下記一般式(III)～(V)で示される難燃性ポリエ

テル系重合体組成物からなることを特徴とする請求項5記載の難燃性に優れたフィラメント。

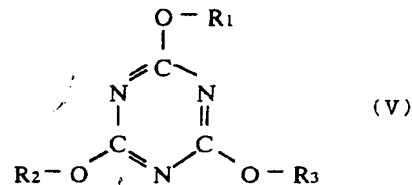
## 【化3】



## 【化4】



## 【化5】



（式中R1、R2、R3は水素原子、アミノ基、アルキル基、アニール基、フェニル基であり、R1、R2、R3は同一であっても異なっても良い。）

【請求項7】燐化合物の分子量が800以上9000以下であることを特徴とする請求項1記載の難燃性に優れたフィラメント。

【請求項8】ポリエステル系重合体が熱可塑性ポリエステルブロック共重合体であることを特徴とする請求項1記載の難燃性に優れたフィラメント。

【請求項9】熱可塑性ポリエステルブロック共重合体が分子量400～6000の低熔点重合体セグメントを含有してなることを特徴とする請求項8記載の難燃性に優れたフィラメント。

【請求項10】低熔点ポリマーセグメントの共重合割合が5～60重量%であることを特徴とする請求項9記載の難燃性に優れたフィラメント。

【請求項11】請求項8記載の熱可塑性ポリエステル系重合体を1成分とする多成分からなる複合断面構造を呈することを特徴とする難燃性に優れたフィラメント。

【請求項12】熱可塑性ポリエステル系重合体をシース部に配してなることを特徴とする請求項11記載の難燃性に優れた複合フィラメント。

【請求項13】複合断面構造が実質的にシース・コア形状であり、且つ繊維断面に占めるコア部の面積比が50%以上であることを特徴とする請求項11記載の難燃性に優れたフィラメント。

【請求項 14】コア部成分の融点が 150℃以上 270℃未満であり、且つシース部の融点はコア部成分の融点より 20℃以上 80℃未満低いことを特徴とする請求項 13 記載の難燃性に優れたフィラメント。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、伸長回復性に優れたロープ、漁網、ネットあるいは事務用および車両用椅子などの各種産業資材、更にテキスタイル分野に使用可能なマルチあるいはモノフィラメントとして、従来に無い難燃性、耐熱性、着色性、耐候性、伸長回復特性及び引張り特性に優れたポリエステル系フィラメントに関するものである。

【0002】

【従来の技術】比較的高い引張り強度を有し、しかも高度な伸長及び曲げ変形に対する回復特性に優れた熱可塑性ポリエステルブロック共重合体を組成とする分子配向フィラメントを伸縮回復性に優れたロープ、漁網、ネット、あるいは布帛形態として、その弾性特性を利用して従来のウレタンなどのクッション材の代替となるような高性能の事務用及び車両用椅子用途などの産業資材に応用しようとする場合、例えば通常のポリエステル等の繊維に比べるとその難燃性や耐候性、耐熱老化性といった使用環境に対する安定性に乏しいことが知られており、これらの特性が上記で応用を限られたものになっていた。

【0003】ここで、熱可塑性ポリエステル系重合体から成るフィラメントの難燃性を改善する技術として、共重合体にヘキサブロモベンゼンやデカブロモフェニルエーテル等の有機ハロゲン化合物と、難燃助剤として三酸化アンチモン等の無機化合物を併用することが従来より知られている。

【0004】ところが、このような方法ではフィラメントを例えば屋外などで長期に使用した場合、難燃剤がブリードアウトすることで外観不良や、熱や光劣化で難燃効果が無くなり、可燃性になる可能性があり、更には熱可塑性ポリエステル系重合体を原料とするフィラメントの特徴である伸長回復性や比較的高い強度等の力学特性が損なわれる等の問題があった。

【0005】そこで、こうした難燃性と滞留安定性の問題を解決する方法として、高分子量ハロゲン化ビスフェノール A 型フェノキシ樹脂と無機系難燃助剤を添加する方法（特公平 4-14132 号公報）や、臭素化エポキシ樹脂を添加する方法（特公昭 53-18068 号公報）等が提案されている。しかし、これらの場合でも、難燃性を付与する場合には上記の難燃剤を多量に添加する必要があり、高温成形時でのゲル化による成形不良や、光による機械的物性の低下や、特に伸長回復性が低下する問題がある。

【0006】また、さらに上記の問題点の改良の目的

で、ポリマー製造時に難燃性付与物質を添加して共重合する方法が有り、従来から種々の燐系化合物を用いる方法（特公昭 55-41610 号公報）が提案されている。ただし、これらの場合では、期待する難燃性が不足する等の問題があった。

【0007】

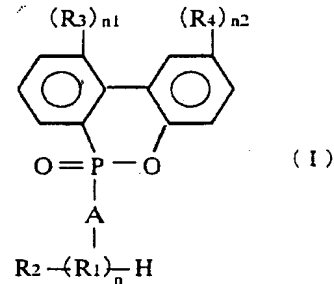
【発明が解決しようとする課題】従って、本発明の目的は、難燃性、耐候性及び耐熱老化性のいずれにも優れ、しかもフィラメントが使用される形状における伸長回復性等の力学的特性に優れた熱可塑性ポリエステル系フィラメントを提供することである。

【0008】

【課題を解決しようとするための手段】即ち、本発明は、芳香族ジカルボン酸を主たる酸成分とし、脂肪族及び／又は脂環族のジヒドロキシ化合物を主たるグリコール成分とし、更に下記一般式（I）で示される燐化合物を 500～50000 ppm 含 I 有してなる熱可塑性ポリエステル系重合体からなることを特徴とする難燃性に優れたフィラメントである。

【0009】

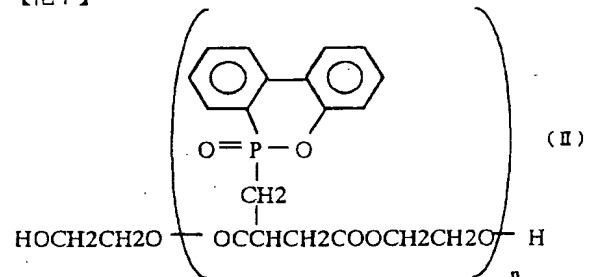
【化 6】



【0010】（ただし、式中 R1、R2 は一価のエステル成形性官能基、R3、R4 は同じか又は異なる基であって、それぞれ水素原子、ハロゲン原子、炭素数 1～10 の炭化水素基、A は二価もしくは三価の有機残基を表す。n1、n2 はそれぞれ 0～4 の整数を表し、n は 2 以上の整数を表す。）そして、具体的には燐化合物が下記一般式（II）で示されることを特徴とする上記記載の難燃性に優れたフィラメント、

【0011】

【化 7】

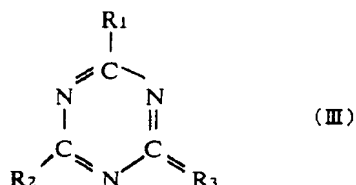


【0012】（式中、n は 2 以上の整数を表す。）熱可

塑性ポリエステル系重合体にトリアジン系化合物及び／又はその誘導体を含有してなることを特徴とする難燃性に優れたフィラメント、トリアジン系化合物及び／又はその誘導体が下記一般式(III)～(V)で示される難燃性ポリエステル系重合体組成物からなることを特徴とする上記記載の難燃性に優れたフィラメント、

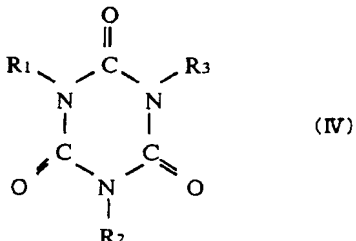
【0013】

【化8】



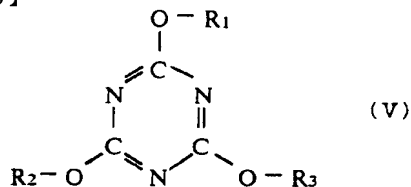
【0014】

【化9】



【0015】

【化10】



【0016】(式中R1, R2, R3は水素原子、アミノ基、アルキル基、アニール基、フェニル基であり、R1, R2, R3は同一であっても異なっても良い。) 燐化合物の分子量が800以上9000以下であることを特徴とする上記記載の難燃性に優れたフィラメント、ポリエステル系重合体が熱可塑性ポリエステルブロック共重合体であることを特徴とする上記記載の難燃性に優れたフィラメント、熱可塑性ポリエステルブロック共重合体が分子量400～6000の低融点重合体セグメントを含有してなることを特徴とする上記記載の難燃性に優れたフィラメント、

【0017】低融点ポリマーセグメントの共重合割合が5～60重量%であることを特徴とする上記記載の難燃性に優れたフィラメント、破断伸度が60%以上、破断強度が0.5g/d以上で、且つ80℃における10%伸長後の伸長回復率が80%以上であることを特徴とする上記記載の難燃性に優れたフィラメント、熱可塑性ポリエステル系重合体にカーボンブラックが0.1重量%

以上含有されてなることを特徴とする上記記載の難燃性に優れたフィラメント、上記記載の熱可塑性ポリエステル系重合体を1成分とする多成分からなる複合断面構造を呈することを特徴とする難燃性に優れたフィラメント、熱可塑性ポリエステル系重合体をシース部に配してなることを特徴とする上記記載の難燃性に優れた複合フィラメント、複合断面構造が実質的にシース・コア形状であり、且つ繊維断面積に占めるコア部の面積比が50%以上であることを特徴とする上記記載の難燃性に優れたフィラメント、及びコア部成分の融点が150℃以上270℃未満であり、且つシース部の融点はコア部成分の融点より20℃以上80℃未満低いことを特徴とする上記記載の難燃性に優れたフィラメントである。以下、本発明を詳述する。

【0018】本発明におけるフィラメントの原料である熱可塑性ポリエステル系重合体とは、エステル結合を有する重縮合体をいうが、特に高融点硬ポリエステルセグメントと分子量400～6000の低融点重合体セグメントとからなる共重合体であり、高融点ポリエステルセグメント構成成分だけで高重合体を形成した場合の融点が150℃以上であり、低融点重合体セグメント構成成分のみで測定した場合の融点ないし軟化点が80℃以下の構成成分からなる熱可塑性ポリエステルブロック共重合体であることが望ましい。

【0019】このフィラメントの原料であるポリエステルブロック共重合体を更に詳しく述べると、高融点硬ポリエステルセグメント構成成分としては、例えばテレフタル酸、イソフタル酸、1,5-ナフタレンジカルボン酸、2,6-ナフタレンジカルボン酸、4,4'-ジフェニルジカルボン酸、ビス(4-カルボキシフェニル)メタン、ビス(4-カルボキシフェニル)スルホン等の芳香族ジカルボン酸又はそのエステルと、

【0020】エチレングリコール、プロピレングリコール、テトラメチレングリコール、ペンタメチレングリコール、2,2-ジメチルトリメチレングリコール、ヘキサメチレングリコール、デカメチレングリコール、p-キシリレングリコール、シクロヘキサジメタノール等のジオールから製造されるポリエステル、あるいはこれら2種類以上のジカルボン酸あるいは2種類以上のジオールを用いたコポリエステル、

【0021】p-(β-ヒドロキシエトキシ)安息香酸などのオキシ酸及びそれらのエステルから誘導されるポリエステル、ポリピバロラクトンなどのポリラクトン、1,2-ビス(4,4'-ジカルボキシフェノキシ)エタン等の芳香族エーテルジカルボン酸と前述のジオールとから製造されるポリエーテルエステル、更に以上のジカルボン酸、オキシ酸類、ジオール類を組み合わせたコポリエステル類などを示すことができる。

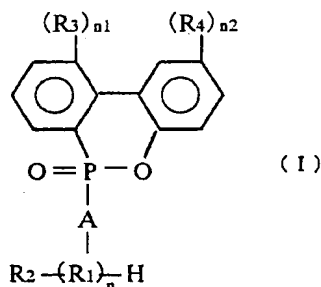
【0022】分子量400～6000の低融点重合体セグメントの構成成分としては、例えばポリ(エチレンオ

キサイド)グリコール、ポリ(プロピレンオキサイド)グリコール、ポリ(テトラメチレンオキサイド)グリコール等のポリアルキレンエーテルグリコール及びこれらの混合物、更にこれらのポリエーテルグリコール構成成分を共重合した共重合ポリエーテルグリコール等を示すことができる。また炭素数2~12の脂肪族ジカルボン酸と炭素数2~10の脂肪族グリコールから製造されるポリエステル、例えばポリエチレナジペート、ポリテトラメチレナジペート、ポリエチレンセバケート、ポリネオペンチルセバケート、ポリテトラメチレンドデカネート、ポリテトラメチレンアゼレート、ポリヘキサメチレンアゼレート、ポリε-カプロラクトンなどを示すことができる。さらに上記ポリエステルとポリエーテルを組み合わせたポリエステルポリエーテル共重合体なども示すことができる。上記ポリエステル共重合体での低融点重合体セグメント構成成分の割合は5~60重量%が好ましく、より好ましくは20~50重量%である。

【0023】上記ポリエステル中の燐原子含有量が500~5000ppmとなるように、下記一般式(I)で示される燐化合物を添加することを特徴とするものである。

【0024】

【化11】

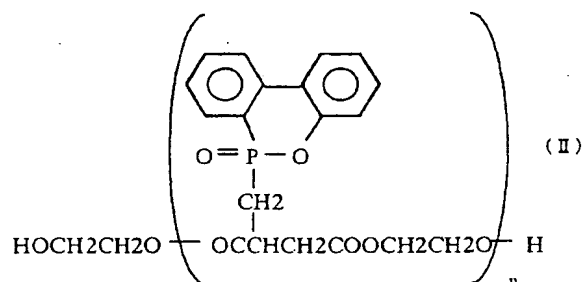


【0025】(ただし、式中R1、R2は一価のエステル形成性官能基、R3、R4は同じか又は異なる基であって、それぞれ水素原子、ハロゲン原子、炭素数1~10の炭化水素基、Aは二価もしくは三価の有機残基を表す。n1、n2はそれぞれ0~4の整数を表し、nは2以上、好ましくは3以上、更に好ましくは5~10の整数を表す。)

【0026】そしてより好ましくは、一般式(I)が下記一般式(II)で示される燐化合物を添加することを特徴とするものである。

【0027】

【化12】



【0028】(式中、nは2以上、好ましくは3以上、更に好ましくは5~10の整数を表す。)

【0029】本発明においては、一般式(I)で示される燐化合物は、ポリマー中に燐原子として500~5000ppm含まれるようにするのが適当であり、特に5000~10000ppmに使用するのが好ましい。上記燐化合物の使用量が上記の範囲より多い場合では、機械的強度が劣り好ましくない。

【0030】一般式(I)及び(II)で示される燐化合物の分子量は800~9000が好ましく、より好ましくは2000~5000である。この燐化合物は、ポリマー中に繰り返し単位ある方が局所的に燐原子が存在し、より効果的な難燃性能を得ることができる。

【0031】これらのポリエステルブロック共重合体は通常の方法によって製造することができる。好適な方法としては芳香族ジカルボン酸またはそのジメチルエステル、低融点セグメント形成ジオール及び分子量ジオールを触媒の存在下に約150~260℃の温度に加熱し、次いで重縮合反応またはエステル交換反応により形成された水またはメタノールを除去し、生成したプレポリマーを真空下に加熱して過剰の低分子量ジオールを除去することにより高重合度のポリエステル型ブロック共重合体とする方法、あらかじめ調整した高融点ポリエステルセグメント形成性プレポリマーの末官能基と反応する2官能性の化合物を混合反応させたのち、系を高真空に保ち、揮発成分を除去することにより、ポリエステルブロック共重合体とする方法、高重合度の高融点ポリエステルとラクトンモノマーを加熱混合し、ラクトンを開環重合させつつエステルブロック共重合体とする方法などがある。

【0032】一般式(I)及び(II)で示された燐化合物を添加する方法としては、エステル交換反応の際に添加しても、エステル交換後の重縮合前又は重縮合反応の比較的初期段階で添加することもでき、特に添加方法としては限定されない。

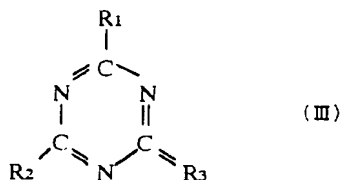
【0033】一般式(I)及び(II)で示された燐化合物の添加量はポリエステルブロック共重合体100重量部に対して0.1~20重量部であり、これ未満では難燃性の効果が少なく、また20重量部を超えると繊維とあいての力学特性が低下するばかりか、紡糸性も低下し、好ましくない。より好ましくは0.5~10重量部

である。

【0034】本発明においては上記の燐系化合物の他に、下記一般式(III)～(V)で示されるトリアジン系化合物及び又はその誘導体を添加してもよい。

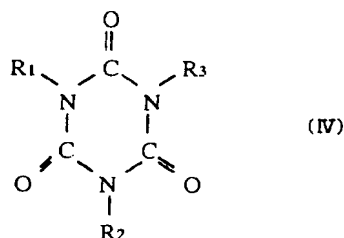
【0035】

【化13】



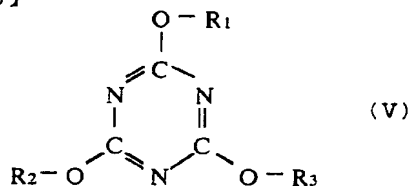
【0036】

【化14】



【0037】

【化15】



【0038】(式中R1, R2, R3は水素原子、アミノ基、アルキル基、アニール基、フェニル基であり、R1, R2, R3は同一であっても異なってもよい。)

【0039】さらにトリアジン系化合物の誘導体としては、下記一般式で示されるイソシアネート基含有化合物も挙げられる。R1-(NCO)n(ここでn=1～4、R1の構造は任意である。)これらのうちで最も一般的なのは、MDI、TDI等のウレタンの原料として使用されているものである。これらの中でポリエステルブロック共重合体の物性を低下させず、ブルーミングを生じないという点で、メラミンとシアヌール酸の付加物であるメラミンシアヌレートが特に好ましい。さらに好ましくは、粉末状のメラミンシアヌレートであり、走査型電子顕微鏡(SEM)で撮影した概粉末の像をイメージアナライザーで分析した時の、概粉末の平均粒径が、2μm～100μmである。トリアジン系化合物及び/又はその誘導体の添加量としては、ポリエステルブロック共重合体100重量部に対して0.5～20重量部が好ましい。特に1～5重量部が、柔軟性と難燃性

の面から好ましい。

【0040】上記燐系化合物又はトリアジン系化合物及び/又はその誘導体を添加する方法としては、エステル交換反応の際に添加しても、エステル交換後の重縮合前または重縮合反応の比較的初期段階で添加することや、加熱ロール、押出機、バンバリミキサー等の混練機を用いて混合することができ、特に添加方法としては限定されない。

【0041】さらに本発明の組成物は、添加物として公知のヒンダードフェノール系、硫黄系、燐系等の酸化防止剤、ヒンダードアミン系、トリアゾール系、ベンゾフェノン系、ベンゾエート系、ニッケル系、サリチル系等の光安定剤、帯電防止剤、滑剤、過酸化物等の分子調整剤、金属不活性化剤、有機及び無機系の核剤、中和剤、制酸剤、防菌剤、蛍光増白剤、充填剤、難燃剤、難燃助剤等を一種以上を添加することができる。

【0042】ヒンダードフェノール系酸化防止剤としては、3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシトルエン、n-オクタデシル-β-(4'-ヒドロキシ-3', 5'-ジ-tert-ブチルフェニル)プロピオネート、テトラキス[メチレン-3-(3', 5'-ジ-tert-ブチル-4'-ヒドロキシフェニル)プロピオネート]メタン、1, 3, 5-トリメチル-2, 4, 6'-トリス(3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシベンジル)ベンゼン、カルシウム(3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシベンジルモノエチルフォスフェート)、トリエチレングリコールビス[3-(3-tert-ブチル-5-メチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート]、3, 9-ビス[1, 1-ジメチル-2-β-(3-tert-ブチル-4-ヒドロキシ-5-メチルフェニル)プロピオニルオキシ]エチル]2, 4, 8, 10-テトラオキサスピロ[5, 5]ウンデカン、ビス[3, 3-ビス(4'-ヒドロキシ-3'-tert-ブチルフェニル)酪酸]グリコールエステル、トコフェロール、2, 2'-エチリデンビス(4, 6-ジ-tert-ブチルフェノール)、N, N'-ビス[3-(3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオニル]ヒドラジン、2, 2'-オキサミドビス[エチル-3-(3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート]、1, 1, 3-トリス(2-メチル-4-ヒドロキシ-5-tert-ブチルフェニル)ブタン、1, 3, 5-トリス(3', 5'-ジ-tert-ブチル-4'-ヒドロキシベンジル)-S-トリアジン-2, 4, 6(1H, 3H, 5H)-トリオン、1, 3, 5-トリス(4-tert-ブチル-3-ヒドロキシ-2, 6-ジメチルベンジル)イソシアヌレート、3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシヒドロシナミックアシドトリエステルウイザー-1, 3, 5-トリス(2-ヒドロキシエチル)-S-トリアジン-2, 4, 6(1H, 3H, 5H)等を挙げるができる。

【0043】硫黄系酸化防止剤としては、ジラウリル-3, 3'-チオジプロピオン酸エステル、ジミリスチル-3, 3'-チオジプロピオン酸エステル、ジステアリル-3, 3'-チオジプロピオン酸エステル、ラウリルステアリル-3, 3'-チオジプロピオン酸エステル、ジオクタデシルサルファイド、ペンタエリスリトール-テトラ(β-ラウリルチオプロピオネート)エステル等を挙げることができる。

【0044】燐系酸化防止剤としては、トリス(ミックスド、モノ及びジノリルフェニル)フォスファイト、トリス(2, 3-ジ-*t*-ブチルフェニル)フォスファイト、4, 4'-ブチリデン-ビス(3-メチル-6-*t*-ブチルフェニル-ジトリデシル)フォスファイト、1, 1, 3-トリス(2-メチル-4-ジトリデシルフォスファイト-5-*t*-ブチルフェニル)ブタン-1, 3-ビス(2, 4-ジ-*t*-ブチルフェニル)ペンタエリスリトール-ジフォスファイト、テトラキス(2, 4-ジ-*t*-ブチルフェニル)-4, 4'-ビフェニレンフォスファイト、ビス(2, 6-ジ-*t*-ブチル-4-メチルフェニル)ペンタエリスリトール-ジフォスファイト、2, 2'-エチリデン-ビス(4, 6-ジ-*t*-ブチルフェニル)-2-エチルヘキシルフォスファイト、ビス(2, 4, 6-ジ-*t*-ブチルフェニル)ペンタエリスリトール-ジフォスファイト、トリフェニルホスファイト、ジフェニルデシルホスファイト、ジデシルフェニルホスファイト、トリデシルホスファイト、トリオクチルホスファイト、トリドデシルホスファイト、トリオクタデシルフォスファイト、トリノニルフェニルホスファイト、トリドデシルトリチオホスファイト等を挙げることができる。

【0045】光安定剤はヒンダードアミン系としては、琥珀酸ジメチルと1-(2-ヒドロキシエチル)-4-ヒドロキシ-2, 2, 6, 6-テトラメチルピペロジンとの重縮合物、ポリ[[6-(1, 1, 3, 3-テトラブチル)イミノ-1, 3, 5-トリアジン-2, 4-ジイル]ヘキサメチレン[(2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル)イミル]]、2-*n*-ブチルマロン酸のビス(1, 2, 2, 6, 6-ペンタメチル-4-ピペリジル)エステルや、2-(3, 5-ジ-*t*-ブチル-4-ヒドロキシベンジル)-2-*n*-ブチルマロン酸ビス(1, 2, 2, 6, 6-ペンタメチル-4-ピペリジル)などの誘導体、テトラキス(2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル)-1, 2, 3, 4-ブタンテトラカルボキシレート、ビス(2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル)セバケート、N, N'-ビス(2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル)ヘキサメチレンジアミンと1, 2-ジプロモエタンとの重縮合物、ポリ[(N, N'-ビス(2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル)ヘキサメチレンジアミン)-(4-モノホリノ-1, 3, 5-トリアジン

2, 6-ジイル)-ビス(3, 3, 5, 5-テトラミチルピペラジノン)、トリス(2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル)-ドデシル-1, 2, 3, 4-ブタンテトラカルボキシレート、トリス(1, 2, 2, 6, 6-ペンタメチル-4-ピペリジル)-ドデシル-1, 2, 3, 4-ブタンテトラカルボキシレート、ビス(1, 2, 2, 6, 6-ペンタメチル-4-ピペリジル)セバケート、1, 6, 11-トリス[4, 6-ビス(N-ブチル-N-(1, 2, 2, 6, 6-ペンタメチルピペリジン-4-イル)アミノ-1, 3, 5-トリアジン-2-イル)アミノ]ウンデカン、1-[2-[3-5-ジ-*t*-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオニルオキシ]-2, 2, 6, 6-テトロメチルピペリジン、8-ベンジル-7, 7, 9, 9-テトラメチル-3-オクチル-1, 3, 8-トリアザスピロ

[4, 5]ウンデカン-2, 4-ジオン、4-ベンゾイルオキシ-2, 2, 6, 6-テトラメチルピペリジン、N, N'-ビス(3-アミノプロピル)エチレンジアミン-2, 4-ビス[N-ブチル-N-(1, 2, 2, 6, 6-ペンタメチル-4-ピペリジル)アミノ]-6-クロロ-1, 3, 5-トリアジン縮合物等を挙げることができる。この中で、光安定化の効果および繊維中での長期安定性、分散性等の観点から、2-(3, 5-ジ-*t*-ブチル-4-ヒドロキシベンジル)-2-*n*-ブチルマロン酸ビス(1, 2, 2, 6, 6-ペンタメチル-4-ピペリジル)の使用が推奨されるが、もちろんそれに限定されるものではない。

【0046】トリアゾール系、ベンゾフェノン系、ベンゾエート系、ニッケル系、サリチル酸系等の光安定剤トリアゾール系、ベンゾフェノン系、ベンゾエート系、ニッケル系、サリチル酸系等の光安定剤としては、2, 2'-ジヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-*n*-オクトキシベンゾフェノン、*p*-*t*-ブチルフェニルサリシレート、2, 4-ジ-*t*-ブチルフェニル-3, 5-ジ-*t*-ブチル-4-ヒドロキシベンゾエート、2-(2'-ヒドロキシ-5'-メチルフェニル)ベンゾトリアゾール、2-(2'-ヒドロキシ-3', 5'-ジ-*t*-アミルフェニル)ベンゾトリアゾール、2-(2'-ヒドロキシ-3'-*t*-ブチル-5'-メチルフェニル)-5-クロロベンゾトリアゾール、2-(2'-ヒドロキシ-3', 5'-ジ-*t*-ブチルフェニル)-5-クロロベンゾトリアゾール、2, 5-ビス-[5'-*t*-ブチルベンゾキサゾリル(2)]-チオフエン、[ビス(3, 5-ジ-*t*-ブチル-4-ヒドロキシベンジル)燐酸モノエチルエステル]ニッケル塩、2-エトキシ-5-*t*-ブチル-2'-エチルオキサリクアシッド-ビス-アニリド85~90%と2-エトキシ-5-*t*-ブチル-2'-エチル-4'-*t*-ブチルオキサリクアシッド-ビス-アニリド10~15%の混合物、2-(3, 5-ジ-*t*-ブ

チル-2-ヒドロキシフェニル) ベンゾトリアゾール、2-[2-ヒドロキシ-3, 5-ビス( $\alpha$ ,  $\alpha$ -ジメチルベンジル) フェニル]-2H-ベンゾトリアゾール、2-エトキシ-2'-エチルオキザリックアシッドビスアニリド、2-[2'-ヒドロキシ-5'-メチル-3'-(3'', 4'', 5'', 6'')-テトラヒドロフタルイミド-メチル] フェニル] ベンゾトリアゾール、ビス(5-ベンゾイル-4-ヒドロキシ-2-メトキシフェニル) メタン、2-(2'-ヒドロキシ-5'- $t$ -オクチルフェニル) ベンゾトリアゾール、2-ヒドロキシ-4- $i$ -オクトキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-ドデシルオキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-オクタデシルオキシベンゾフェノン等を挙げることができる。特に、上記のヒンダードアミン系の光安定剤とともにベンゾトリアゾール系化合物を併用して使用することは好ましい。

【0047】帯電防止剤としては、グリセリン脂肪酸(C8~C22)エステル、ソルビタン脂肪酸(C8~C22)エステル、プロピレングリコール脂肪酸(C8~C22)エステル、ショ糖脂肪酸(C8~C22)エステル、クエン酸モノ(ジ又はトリ)ステアリルエステル、ペンタエリスリトール脂肪酸(C8~C18)エステル、トリメチロールプロパン脂肪酸(C8~C18)エステル、ポリグリセリン脂肪酸(C8~C22)エステル、ポリオキシエチレン(20モル)グリセリン脂肪酸(C12~C18)エステル、オイリオキシエチレン(20モル)ソルビタン脂肪酸(C12~C18)エステル、ポリエチレングリコール脂肪酸(C8~C22)エステル、ポリオキシエチレン脂肪酸アルコール(C12~C20)エーテル、ポリオキシエチレン(4~50モル)アルキル(C4以上)フェニルエーテル、N, N-ビス(2-ヒドロキシエチル)脂肪(C8~C18)アミン、脂肪酸とジエタノールアミンによる縮合生成物、ポリオキシプロピレンポリオキシエチレンブロックポリマー、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコールなどの非イオン性界面活性剤；アルキル(C10~C20)スルホン酸塩(Na, K, NH<sub>4</sub>)、アルキルナフタリンスルホン酸塩(Na)、ソジウムジアルキル(C4~C16)スルホンサクシネート、アルキル(C8~C20)サルフェート(Na, K, NH<sub>4</sub>)、脂肪酸(C8~C22)塩(Na, K, NH<sub>4</sub>)等の陰イオン性界面活性剤；N-アシル(C8~C18)ザルコシネート等の両イオン性界面活性剤；ポリアクリル酸及びそのナトリウム塩等のその他の助剤等を挙げることができる。

【0048】滑剤としては、ヘキシルアミド、オクチルアミド、ステアリルアミド、オレイルアミド、エルシルアミドエチレンビスステアリルアミド、ラウリルアミド、ベヘニルアミド、メチレンビスステアリルアミド、リシノールアミド等の炭素数3~30の飽和或いは不飽

和脂肪族アミド及びその誘導体；ブチルステアレート、イソブチルステアレート等の炭素数3~30の飽和或いは不飽和脂肪族エステル及びその誘導体；市販のシリコーン離型剤シリコーンオイル、シリコーンガム等のシリコーン化合物；市販のフッ素系離型剤、4フッ化エチレン等のフッ素系化合物等を挙げることができる。

【0049】金属不活性剤としては、3-N'-サリチロイルアミノ-1, 2, 4-トリアゾール、サリチルアルデヒド、サリチルヒドラジン、N, N'-ビス-[3-(3, 5-ジ- $t$ -ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオニル]ヒドラジン、オキサリル-ビス[ベンジリデンヒドラジド]、9, 10-ジヒドロ-9-オキサ-10-ホスファフェナントレン-10-オキサイド、3, 4, 5, 6-ジベンゾ-1, 2-オキサフォスファン-2-オキサイド、トリス[2- $t$ -ブチル-4-チオ(2'-メチル-4'-ヒドロキシ-5- $t$ -ブチル)フェニル-5-メチル]フェニルフォスファイト、2, 2'-オキサミド-ビス[エチル-3(3, 5-ジ- $t$ -ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート]等を挙げることができる。

【0050】核剤としては、1, 3, 2, 4-ジ-ベンジリデン-ソルビトール、1, 3, 2, 4-ジ- $p$ -メチル-ベンジリデン)ソルビトール、1, 3, 2, 4-ジ-( $p$ -エチル-ベンジリデン)ソルビトール、1, 3, 2, 4-ジ-(2', 4'-ジ-メチル-ベンジリデン)ソルビトール、1, 3- $p$ -クロロ-ベンジリデン-2, 4- $p$ -メチル-ベンジリデン-ソルビトール、1, 3, 2, 4-ジ-( $p$ -プロピル-ベンジリデン)ソルビトール、アルミニウム-モノ-ヒドロキシ- $p$ - $t$ -ブチルベンゾエート、ソジウム-ビス(4- $t$ -ブチルフェニル)フォスフェート、ソジウム-2, 2'-メチレン-ビス-(4, 6-ジ- $t$ -ブチル-フェニル)フォスフェート、タルク、安息香酸ナトリウム、リチウム-2, 2'-メチレン-ビス-(4, 6-ジ- $t$ -ブチルフェニル)フォスフェート等を挙げることができる。

【0051】中和剤及び制酸剤としては、リチウムステアレート、1, 2-ヒドロキシリチウムステアレート、ステアロイル乳酸ナトリウム、ステアリン酸ソーダ、ステアリン酸カリウム、ベヘン酸リチウム、モンタンリチウム、ベヘン酸ナトリウム、モンタン酸ナトリウム、ステアリル乳酸カルシウム、ベヘン酸カルシウム、モンタン酸カルシウム、ステアリン酸カドミウム、ラウリル酸カドミウム、リシノール酸カドミウム、ナフテン酸バリウム、2-エチルヘキソイン酸バリウム、ステアリン酸バリウム、2-エチルヘキソイン酸バリウム、ステアリン酸カルシウム、ラウリル酸カルシウム、リシノール酸カルシウム、ステアリン酸ストロンチウム、ステアリン酸亜鉛、ラウリン酸亜鉛、リシノール酸亜鉛、2-エチルヘキソイン酸亜鉛、ステアリン酸亜鉛、二塩基性ステア



リン酸鉛、ナフテン酸鉛、ステアリン酸錫、ステアリン酸アルミニウム、ステアリン酸マグネシウム等の高級脂肪酸、アルキル乳酸のアルカリ又はアルカリ土類金属塩；塩基性マグネシウム・アルミニウム・ハイドロオキシ・カーボネート・ハイドレート（ハイドロタルサイト）、塩基性ゼオライト、エピクロルヒドリンとビスフェノールA重合物類、エポキシ化大豆油類、エポキシ化脂肪化モノエスエル類、エポキシ化脂環式脂肪酸エステル類、ポリカルボジイミド類、イソシアネート系化合物等を挙げることができる。

【0052】充填剤としては、カーボンブラック、酸化マグネシウム、酸化アルミニウム、酸化珪素、酸化カルシウム、酸化チタン、酸化クロム（III）、酸化鉄、酸化亜鉛、シリカ、珪藻土、アルミナ繊維、酸化アンチモン、バリウムフェライト、ストロンチウムフェライト、酸化ベリリウム、軽石、軽石バルーン等の酸化物、水酸化マグネシウム、水酸化アルミニウム、塩基性炭酸マグネシウム等の塩基性物又は水酸化物；炭酸マグネシウム、炭酸カルシウム、硫酸バリウム、硫酸アンモニウム、亜硫酸カルシウム、ドロマイト、ドーソナイト等の炭酸塩；硫酸カルシウム、硫酸バリウム、硫酸アンモニウム、亜硫酸カルシウム、塩基性硫酸マグネシウム等の（亜）硫酸塩；珪酸ナトリウム、珪酸マグネシウム、珪酸アルミニウム、珪酸カリウム、珪酸カルシウム、タルク、クレー、マイカ、アスベスト、ガラス繊維、モンモリロライト、ガラスバルーン、ガラスビーズ、ペントナイト等の珪酸塩；カオリン（陶土）、パーライト、鉄粉、銅粉、鉛粉、アルミニウム粉、硫化モリブデン、ボロン繊維、炭化珪素繊維、黄銅繊維、チタン酸カリウム、チタン酸ジルコン酸鉛、硼酸亜鉛、硼酸アルミニウム、メタ硼酸バリウム、硼酸カルシウム、硼酸ナトリウム等を挙げることができる。特に、フィラメントの耐光劣化を向上させる目的において、特にモノフィラメント形状での光の遮蔽効果としてはカーボンブラックが好適である。

【0053】上記組成からなるフィラメントは破断伸びが60%以上、破断強度が0.5g/d以上で且つ80℃における10%伸長後の伸長回復率が80%以上であることをが望ましい。即ち破断伸び60%未満であると適正なエラストマー的な特徴が発揮できないといった問題が生じる。好ましくは80%以上である。また破断強度が0.5g/d未満では形成される布帛の強度が不十分で静的な荷重に耐えないといった問題が生じる。好ましくは0.8g/d以上さらに好ましくは1.5g/d以上である。ただし、繊維の強度が逆に4.0g/dを超えると布帛の初期荷重勾配が立ち上がり布帛設計上好ましくない。更に80℃における10%伸長後の伸長回復率はクッション材料としての耐久性の観点から非常に重要であり、それが80%未満であると繰り返し使用により弾性特性が低下するとともに布帛に弛みが生じ製品

上も好ましくない。このような観点から好ましい弾性回復率は90%以上である。

【0054】上記の力学特性を有するフィラメントを製造する方法としては、単軸の押出し装置を有する紡糸機のホッパー部にポリマーを投入し、一定量のポリマーを1～50孔の紡糸ノズルから押出しながら定速の紡糸ローラーで引き取り、更に連続して定温加熱装置を通し、約3～6倍に延伸しながら引き取りローラーを介して巻取る。この時、延伸倍率は、目的の糸特性に合わせて変更する。

【0055】上記組成のうち熱可塑性ポリエステルブロック共重合体に、トリアジン系化合物及び／又はその誘導体を含有してなるポリマーは限界酸素指数が20以上であることを要する。限界酸素指数が20未満であると難燃性において不十分な効果しか得られない。

【0056】さらに、本発明においては上記フィラメントが実質シース・コア形状であり、且つ繊維断面に占めるコア部の面積比が50%以上であることを特徴とする複合フィラメントである。そしてそのコア部成分の融点が150℃以上270℃未満であり、且つシース部の融点はコア部の融点より20℃以上80℃未満低く、具体的にはシース部成分として上記熱可塑性ポリエステルブロック共重合体を使用することを特徴とする複合フィラメントである。ここで、シースコア形状とは断面の形状が同芯円状の配列をしておれば良く、中心は偏芯していても良い。又、極端な場合、コア成分が一部表面に露出していても良いが、好ましくはシース成分が繊維の平均の表面積に対して50%以上、さらに好ましくは70%以上であることが望ましい。

【0057】ここで、本発明の効果の一つとして、これらの上記の各種添加剤はシース・コアのどちらに添加しても構わないが、難燃剤や耐光・吸収剤、滑剤、抗菌剤など特に繊維表面に配合した方が効果が向上するものについては、シース部により多く配合することで、添加剤の量を節約でき経済的であるばかりか、それを多量に必要とする場合の従来の問題点であった、強度など力学特性の低下を著しく改善することができることなど挙げられる。この効果は例えば、シース部には従来、糸の力学特性を損なうため困難であった添加量を添加し、逆にコア部には全く添加しないという処方が最も効果的であり、シース部で難燃・耐光・平滑性・抗菌性などの機能を持たせ、コア部により強度、弾性特性などの力学特性を持たせるといった高度な設計を可能とする。実際、本発明による糸の難燃レベルは従来のポリエステル系フィラメントをはるかに凌駕するレベルにある。

【0058】かかる共重合エラストマーを用いる時の留意点は、共重合による本来のエラストマーとしての力学特性とくに繰り返し変形時の伸長回復性の低下や、長期に一定荷重が加わる場合に永久歪みが残る、いわゆるクリープ特性が低下することである。既に述べた通り、本

特許によれば、2成分のポリマーを用いて、それをいわゆるシースコア形状に配置することで、両者の共重合濃度や添加剤の量を調整することができ多様な機能を付与することが可能である。例えば、伸長回復特性やクリープ性能に影響が大きいコア部に配するポリマーは共重合量や添加量を低減することが好ましい。また、直接炎や光などを受けるシース部には難燃剤や共重合量をむしろ増加することが好ましい。特に、耐光遮蔽効果としてカーボンブラックなどの無機添加物は表面層のみに配合すれば十分効果を期待することができる。ここで、シース部とコア部の比率は重要であり、力学特性を維持するためには50%以上、70%以上がより好ましい。また、シース部とコア部のエラストマーの融点に差を与えてつまり、例えば繊維を布帛に仕上げてから低融点に設定したシース部を部分融着させて、布帛としての形態安定性を向上させるなどの手段も必要により講じることが可能となる。

【0059】

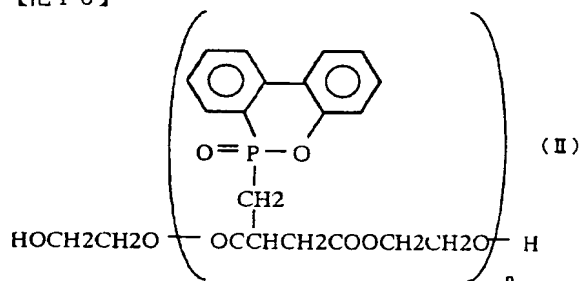
【実施例】以下実施例により本発明を説明する。

#### 実施例1

ポリマーA：テレフタル酸ジメチル100mol%、1,4-ブタンジオール97.8mol%、分子量約1000のポリ(テトラメチレンオキサイド)グリコール2.2mol%、下記式で示される分子量3000の燐化合物(II)〔(株)三光開発化学研究所製品；2-(9,10-ジヒドロ-9-オキサー-10-オキサイド-10-ホスファフェナントレン-10-イル)メチル琥珀酸ビス(2-ヒドロキシエチル)-エステル重合物〕を、

【0060】

【化16】



【0061】(式中、nは7～8の整数を表す。)生成するポリマーに対し、5000ppmとなるように添加し、触媒としてテトラブチルチタネートを金属チタンとして、生成するポリマーに対し、150ppmとなるように添加し、150～230℃でエステル交換を行った。次いで生成したオリゴマーにヒンダードフェノール系安定剤〔チバ・ガイギー(株)製品；Irganox 1010〕0.2重量部をそれぞれ1,4-ブタンジオールのスラリーとして添加し、3torr以下の減圧下、230～250℃で熔融重合を行いポリマーを得

た。このポリマーに、二軸押し機を用いてカーボンブラックを0.35重量部を添加した。

【0062】それを0.1mmHgの真空度、80℃の雰囲気温度下で4時間予備乾燥した後、同真空条件で120℃で12時間乾燥処理を施した。乾燥したレジンを出量がノズル1孔(モノフィラメントの単位)あたり24g/minとなるように調整し、紡糸を実施した。紡出される糸の状態は安定であった。吐出されたポリマーは150mmのエアーギャップを有して設置された約25℃の水槽をくぐることで冷却されて、続いて27.5m/minコントロールされた第1ローラーと108m/minにコントロールされた第2ローラーの間で98℃にコントロールされた沸水浴を通して4倍に延伸されて、引き続いて120℃の温度にコントロールされたスリット型ヒーター1と160℃にコントロールされたスリット型ヒーター2で約1%リラックスさせながらも第3ローラーに引き取られて、直ちに巻き取られた。最終の糸のデニールは約2000デニールであり、力学特性と難燃特性に優れた結果が得られた。

#### 【0063】実施例2

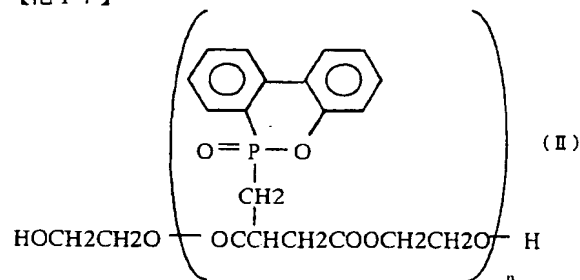
実施例1のポリマーに二軸混練機を用いてメラミンシアヌレートをも10重量部添加し、(ポリマーBとする)他は実施例1と同じ重合、製糸操作を行い、目的とする糸を得た。添加剤の多さが起因するのか、力学特性、特に強度は低下したが、難燃性は一段と向上した。

#### 【0064】実施例3

実施例1のポリマーAをコア成分として、シース成分のポリマーCとしてテレフタル酸ジメチル75mol%、イソフタル酸ジメチル25mol%、1,4-ブタンジオール86.7mol%、分子量約1000のポリ(テトラメチレンオキサイド)グリコール13.3mol%、下記式で示される分子量3000の燐化合物(II)〔(株)三光開発化学研究所製品；2-(9,10-ジヒドロ-9-オキサー-10-オキサイド-10-ホスファフェナントレン-10-イル)メチル琥珀酸ビス(2-ヒドロキシエチル)-エステル重合物〕を、

【0065】

【化17】



【0066】(式中、nは7～8の整数を表す。)生成するポリマーに対し、5000ppmとなるように添加し、触媒としてテトラブチルチタネートを金属チタンと

して、生成するポリマーに対し、150ppmとなるように添加し、150～230℃でエステル交換を行った。次いで生成したオリゴマーにヒンダードフェノール系安定剤[チバ・ガイギー(株)製品; Irganox 1010]0.2重量部をそれぞれ1,4-ブタンジオールのスラリーとして添加し、3torr以下の減圧下、230～250℃で熔融重合を行いポリマーを得た。このポリマーに、二軸押出し機を用いてカーボンブラックを0.35重量部を添加した。

【0067】それぞれ、実施例1と同じ操作で乾燥し、コア部にポリマーA、シース部にポリマーCとなるように予め設定した二重のチューブからなる複合ノズル部及び2対の押出し装置を有する紡糸機を用いて2成分のレジンとを別々に溶解し、会合部においてシースとコアの面積比が20:80になるように吐出量を調整して両者の合計の吐出量がノズル1孔あたり24g/minとなるように調整した。このレジンの組み合わせにおいて、コア部に配置されるレジンの融点より約20℃高い温度を会合部の温度に設定し、紡糸を実施した。紡出される糸の状態は安定であった。他は実施例1と同様の操作を行い、目的のフィラメントを得た。力学特性と難燃性に優れた結果が得られた。

#### 【0068】比較例1

ポリマーD:テレフタル酸ジメチル100mol%、1,4-ブタンジオール97.8mol%、分子量約1000のポリ(テトラメチレンオキサイド)グリコール2.2mol%、触媒としてテトラブチルチタネートを金属チタンとして、生成するポリマーに対し、150ppmとなるように添加し、150～230℃でエステル交換を行った。次いで生成したオリゴマーにヒンダードフェノール系安定剤[チバ・ガイギー(株)製品; Irganox 1010]0.2重量部をそれぞれ1,4-ブタンジオールのスラリーとして添加し、3torr以下の減圧下、230～250で熔融重合を行い、ポリマーを得た。このポリマーを原料にして、実施例1と同じ操作によりモノフィラメントを作成した。力学特性は優れるものの、難燃性が著しく低下した。

#### 【0069】比較例2

実施例1のポリマーの燐化合物の添加量を300ppmに変更した(ポリマーEとする)他は実施例1と同じ操作を行いモノフィラメントを作成した。力学特性は優れるものの、難燃性が著しく低下した。

#### 【0070】

【表1】

実験	デニール	強度 g/d	伸度 %	クリープ %	伸長回復 率 %	難燃性 最大燃焼速度 mm/min
実施例1	2030	2.1	82	7.5	88.3	0
実施例2	2080	1.9	80	7.5	86.5	0
実施例3	2010	2.06	76	6.8	87.3	0
比較例1	1980	2.05	77	6.5	87.7	300<
比較例2	1990	2.11	78	6.5	88	173.4

【0071】(評価方法) 本特許明細及び実施例に記載の評価方法を示す。

(強伸度特性) オリエンテック社製テンシロンTM測定装置を用いて、試料長100mmを100%/分の歪み率で温度25%、相対湿度65%雰囲気下で測定し、求めた歪み・応力曲線より破断強度と伸度を評価した。各測定は各々5回の平均値をその値とした。

(伸長回復率) 80℃の温度に調整した加熱槽を上記の測定装置に設置し、同じく100mmの試料長にセット後、2分間の加熱後、100%/分の歪み速度で30%まで伸長して直ちに同じ速度で0%まで変形を戻した。変形が戻ってから10秒後に再び同じ歪み速度で30%までの伸長変形を与えた。この時一連の歪み・応力曲線の記録から、2回目の伸長により応力が発生開始する歪み量(x%)を求めて、以下の式で伸長回復性を評価した。

$$\text{伸長回復率}(\%) = 100 - x$$

(難燃性) 各実験で得られた繊維をそれぞれ経緯糸に配

置して22本/インチとなる打ち込み密度となるように平織り布を作成し燃焼試験を実施した。燃焼性試験は基本的にはJIS-L1091のA2法(メッケルバーナー法)に準拠した。すなわち、上記織物を経、緯それぞれ長手方向に350mm×250mmに切断し、それぞれn=5の燃焼試験をJISと同じ条件で実施し、合計n=10の最長炭化距離をもって難燃性の指標とした。(クリープ率) モノフィラメントを100cmの長さを取り、80℃±2℃に設定した縦形の加熱型のオープン内にそれぞれの繊維の1/100gfの荷重を加えて10分間放置し、所定の温度になった状態で繊維の中央部50cmの間隔をマーキングした。引き続いて、その繊維の初期荷重をはずして、直ちに予め繊維が室温において15%伸びるように計算しておいた荷重を加えてその直後の上記マーキング間の長さ(L1)とした。オープンを上記温度に維持して24時間後に再びその長さを測定し(L2)とした。高温でのクリープ率を下記の式で求めた。

クリープ率 (%) =  $100 \times (L2 - L1) / L1$

【0072】

【発明の効果】本発明によれば、柔軟性、難燃性、成形

滞留安定性、クリープ特性および外観が非常に優れた難燃性に優れたフィラメントを提供することを可能としたものである。

フロントページの続き

(51)Int. Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

テームコード (参考)

D O 1 F 6/92

3 0 1

D O 1 F 6/92

3 0 1 M

8/14

8/14

3 0 1 G

B

F ターム (参考) 4J002 CF151 DA036 EU187 EU197

GK01

4J029 AA03 AC03 AE02 BA02 BA03 f

BA07 BA08 BB06A BD06A

BF25 BF27 BH03 CB05A

CB06A CB10A CB12A CC05A

CC06A CF15 CH02 DB12

DC05 ED07A EG03 HB01

HB02 JE162 JE182

4L035 BB31 BB57 BB85 DD01 DD14

EE01 EE14 FF01 JJ03 JJ18

4L041 AA07 BA02 BA05 BA21 BA22

BA46 BC11 BD02 CA08 CA16

CB02 DD01 DD05